

CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS
INSTITUTO DE CIENCIAS MATERIALES DE MADRID

Estudio del acoplamiento magnetoelástico y magnetostático en microsistemas multicapas bifásicos

TESIS DOCTORAL

propuesta para optar al grado de

Doctor en Ciencias Físicas

Jacob Torrejón Díaz

Directores de tesis:

Prof. Manuel Vázquez Villalabeitia &
Dr. Giovanni Andrea Badini-Confalonieri

Tutor:

Prof. Manuel Hernández-Vélez



Universidad Autónoma de Madrid
Facultad de Ciencias Físicas
Departamento de Física Aplicada

Madrid, Noviembre del 2008

Organismos e instituciones

Este trabajo se ha desarrollado en el Instituto de Ciencias Materiales de Madrid (CSIC), dentro de los proyectos: “*Nanosistemas magnéticos auto-organizados uni y bidimensionales*” MAT2004-00150, y “*Propiedades de magnetotransporte en micro y nanohilos magnéticos*” MAT2007-65420-C02-01 financiados por los Ministerios de Educación y Ciencia, y Ciencia e Innovación, respectivamente, así como parcialmente por el proyecto “*Magnetostrictive bi-layers for multifunctional sensor families*” Growth, GRD1-2001-40725” financiado por la Comunidades Europea.

El doctorando ha disfrutado de una beca asociada al proyecto de la Comunidad Europea *Growth* (julio 2004 - mayo 2005) y posteriormente de una beca de Formación Profesional Universitaria (FPU) del MEC/MICINN (junio 2005 – mayo 2009), las cuales han financiado sus estancias en otros centros de investigación para la realización de estudios temáticos de diversos aspectos:

- “*Sensor multifuncional magnetoelástico basado en microhilos multicapas bifásicos*” el cual fue desarrollado dentro del proyecto europeo mencionado más arriba. En el marco de este proyecto se realizó una estancia de corta duración en la Universidad Tecnológica de Viena (Austria), abril 2005, para exponer los resultados finales del trabajo que finalmente ha dado lugar a la patente europea PCT/ES2005/070173.

- “*Análisis del Acoplamiento magnético en cintas y microhilos multicapas*” bajo la supervisión del Prof. Ludek Kraus, Instituto de Física de Praga, Academia de las Ciencias de la República Checa (ASCR). Septiembre 2006 - noviembre 2006.

- “*Estudio de la Magnetoimpedancia asimétrica en microhilos multicapas bifásicos*” bajo la supervisión de la Prof. Larissa Panina, Universidad de Plymouth (Reino Unido). Octubre 2007 - diciembre 2007.

- “*Estudio de la Resonancia Ferromagnética en microhilos bifásicos*” bajo la supervisión del Prof. Masahiro Yamaguchi, Universidad de Tohoku, Sendai (Japón). Enero 2008 - febrero 2008.

- “*Modelos micromagnéticos en microhilos multicapas bifásicos*” bajo la supervisión del Prof. Andre Thiaville, Laboratorio de Física del Estado sólido (París), CNRS (Francia). Junio 2008 – agosto 2008.

A mis padres y hermanas

Resumen

Con este trabajo hemos perseguido en primer lugar el diseño y fabricación autónoma de nuevos materiales originales con propiedades magnéticas específicas. Estos materiales se encuadran dentro del marco de los materiales magnéticos blandos, donde quizás existe un cierto *impasse* en la obtención de nuevos materiales o con propiedades novedosas.

Los materiales objeto de nuestro estudio son esencialmente materiales multicapa, magnéticamente bifásicos, con simetría cilíndrica y dimensiones micrométricas. Los estudios realizados comprenden:

- i) su diseño y fabricación,
- ii) el estudio de su proceso de imanación, teniendo en cuentas las interacciones magnetoelásticas y magnetostáticas interfases, y
- iii) las consecuencias de estos acoplamientos magnéticos: desarrollo de sensores multifuncionales; y estudios micromagnéticos

Nos parece de especial relevancia la existencia de un campo magnetostático polarizador (“*campo bias*”) susceptible de ser controlado.

La existencia de estos acoplamientos magnéticos proporciona en el rango de radio frecuencias y microondas una exclusiva respuesta asimétrica en magnetoimpedancia, y un espectro característico de FMR con dos picos de absorción electromagnética.

El uso de estos sistemas bifásicos con comportamiento magnético sintonizado a través de los diferentes acoplamientos nos ha permitido desarrollar un sensor multifuncional, basado en la técnica de pequeñas rotaciones de la imanación (“*Modified small angle magnetization rotation*”) además de presentar un nuevo potencial tecnológico en el diseño de nuevos elementos antirradar y metamateriales.

Finalmente hemos modelizado el comportamiento de los microhilos multicapas, tanto en el régimen estático como dinámico, usando simulaciones micromagnéticas.

Índice general

| | |
|-----------------------------------|------------|
| Organismos e instituciones | iii |
|-----------------------------------|------------|

| | |
|----------------|------------|
| Resumen | vii |
|----------------|------------|

| | |
|---|-----------|
| 1 Introducción | 1 |
| 1.1 Aspectos generales..... | 1 |
| 1.2 Fundamentos del magnetismo..... | 2 |
| 1.3 Términos de la energía..... | 3 |
| 1.4 Estado del arte..... | 9 |
| 1.4.1 Materiales amorfos precursores..... | 9 |
| 1.4.1.1 Comportamiento magnético..... | 11 |
| 1.4.1.2 Propiedades relevantes..... | 14 |
| 1.4.1.3 Aplicaciones tecnológicas..... | 19 |
| 1.4.2 Nuevos materiales: “composites” y multicapas..... | 20 |
| 1.5 Estructura de la tesis..... | 21 |
| 2 Técnicas experimentales | 23 |
| 2.1 Técnicas de fabricación..... | 23 |
| 2.1.1 Solidificación ultrarrápida..... | 23 |
| 2.1.1.1 “Melt-spinning”..... | 24 |
| 2.1.1.2 “Quenching into rotating water”..... | 25 |
| 2.1.1.3 “Quenching and drawing”..... | 26 |
| 2.1.2 Sputtering de bajo vacio..... | 28 |
| 2.1.3 Electrodeposición..... | 30 |
| 2.2 Técnicas de caracterización..... | 37 |
| 2.2.1 Caracterización magnética..... | 37 |
| 2.2.1.1 Sistemas inductivos..... | 38 |
| 2.2.1.2 Magnetoemetría..... | 43 |
| 2.2.2 Altas frecuencias: GMI & FMR..... | 44 |
| 3 Caracterización estructural | 53 |
| 3.1 Micrografías y microanálisis superficial..... | 54 |
| 3.2 Espesor y composición de la capa externa en función de los parámetros de electrodeposición..... | 58 |
| 3.3 Estructura cristalina..... | 61 |
| 4 Caracterización magnética | 65 |
| 4.1 Carácter bifásico..... | 65 |
| 4.1.1 Cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi..... | 65 |
| 4.1.2 Hilo bicapa CoFe/CoNi..... | 67 |
| 4.1.3 Microhilo multicapa CoFe/CoNi..... | 69 |
| 4.1.4 Microhilo multicapa Fe/CoNi..... | 71 |
| 4.1.5 Microhilo multicapa FePt/FeNi..... | 73 |
| 4.2 Acoplamiento magnetoelástico..... | 74 |
| 4.2.1 Tensiones inducidas por electrodeposición..... | 75 |
| 4.2.1.1 Microhilo multicapa CoFe/CoNi..... | 76 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 4.2.1.2 | Microhilo multicapa Fe/CoNi..... | 79 |
| 4.2.2 | tensiones inducidas por temperatura..... | 82 |
| 4.2.2.1 | Microhilo multicapa CoFe/CoNi..... | 83 |
| 4.2.2.2 | Microhilo multicapa Fe/CoNi..... | 86 |
| 4.2.2.3 | Microhilo multicapa Cu/CoNi..... | 89 |
| 4.2.2.4 | Microhilo multicapa FePt/FeNi..... | 90 |
| 4.3 | Acoplamiento magnetostático..... | 91 |
| 4.3.1 | Cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi..... | 92 |
| 4.3.1.1 | Influencia de la longitud de CoNi..... | 93 |
| 4.3.1.2 | Influencia de la longitud de CoFe..... | 95 |
| 4.3.1.3 | Influencia del espesor de CoNi..... | 96 |
| 4.3.1.4 | Modelo fenomenológico M-H..... | 98 |
| 4.3.1.5 | Perfiles de imanación..... | 102 |
| 4.3.2 | Microhilo multicapa CoFe/CoNi..... | 108 |
| 4.3.2.1 | Influencia del espesor de CoNi..... | 108 |
| 4.3.2.2 | Influencia de la longitud de CoNi..... | 110 |
| 4.3.2.3 | Influencia del espesor de vidrio..... | 112 |
| 4.3.2.4 | Modelo fenomenológico M-H..... | 114 |
| 4.3.3 | Microhilo multicapa Fe/CoNi..... | 115 |
| 4.3.3.1 | Influencia del espesor de CoNi..... | 115 |
| 4.3.3.2 | Modelo fenomenológico M-H..... | 117 |
| 4.3.4 | Hilo bicapa CoFe/CoNi..... | 117 |
| 4.3.5 | Microhilo multicapa FePt/FeNi..... | 119 |
| 5 | Análisis a altas frecuencias | 121 |
| 5.1 | Magnetoimpedancia gigante (GMI)..... | 121 |
| 5.1.1 | Microhilo multicapa CoFe/CoNi..... | 122 |
| 5.1.2 | Microhilo multicapa Fe/CoNi..... | 127 |
| 5.2 | Resonancia Ferromagnética (FMR)..... | 131 |
| 5.2.1 | Microhilo multicapa CoFe/CoNi..... | 132 |
| 5.2.2 | Microhilo multicapa Fe/CoNi..... | 136 |
| 6 | Aplicaciones tecnológicas | 141 |
| 6.1 | Sensor multifuncional..... | 141 |
| 6.1.1 | Sensor magnetoelástico basado en el método MSAMR..... | 142 |
| 6.1.1.1 | Sensor de temperatura..... | 144 |
| 6.1.1.2 | Sensor de tensión mecánica..... | 149 |
| 6.1.2 | Sensor magnético basado en la magnetoimpedancia asimétrica..... | 151 |
| 6.2 | Absorción electromagnética..... | 152 |
| 7 | Modelo Teórico | 155 |
| 7.1 | Micromagnetismo..... | 155 |
| 7.2 | Modelo micromagnético en microhilos CoFe recubiertos de vidrio..... | 157 |
| 7.2.1 | Modelo estático..... | 157 |
| 7.2.2 | Modelo dinámico..... | 162 |
| 7.3 | Extensión del modelo micromagnético a los microhilos multicapas CoFe/CoNi..... | 167 |
| 7.3.1 | Acoplamiento magnetoelástico..... | 167 |
| 7.3.2 | Acoplamiento magnetostático: cálculo del campo bias..... | 168 |

| | |
|-----------------------|------------|
| 8 Conclusiones | 173 |
| Apéndices | 177 |
| Bibliografía | 185 |
| Publicaciones | 195 |

Capítulo 1

Introducción

*“Triste época la nuestra.
Es más fácil desintegrar un átomo que un prejuicio.”*
Albert Einstein

1.1 Aspectos generales

Desde el descubrimiento de la magnetita en épocas inmemoriales, los materiales magnéticos han estado íntimamente ligados con las aplicaciones tecnológicas: brújulas, transformadores de energía, dispositivos de almacenamiento de información o imanes permanentes.

Actualmente, el estudio de las nanoestructuras magnéticas ha revolucionado el mundo de los dispositivos electrónicos, dando paso al inicio de la era de la nanotecnología. De manera especial a principios de la década de los 90, donde el descubrimiento de la magnetorresistencia gigante (GMR) a cargo de Fert y Grünberg¹ en 1988 [GRU1986,BAI1988] supuso un “boom” en términos de optimizar la densidad de almacenamiento de datos, tiempos de acceso y miniaturización en discos duros, memorias magnéticas de acceso aleatorio (MRAM) y cabezas lectoras.

Otra aplicación de gran relevancia de los materiales magnéticos han sido los dispositivos sensores y sus numerosos usos en la biología y medicina a través por ejemplo de los ferrofluidos. En este campo tecnológico se enmarcan principalmente los sistemas magnéticos investigados en esta tesis: **Microsistemas magnéticos bifásicos**. Durante los últimos 15 años, el exhaustivo estudio de las excelentes propiedades magnéticas (Biestabilidad, GMI y FMR) de los materiales amorfos con comportamiento magnético blando (material precursor de los sistemas bifásicos), ha dado lugar a un gran numero de aplicaciones tecnológicas, entre las que podemos destacar los sensores magnéticos. Digno de mencionar es el uso de los microhilos amorfos como sensor de movimiento integrado en teléfonos móviles Vodafone que ha sido comercializado con gran éxito por la compañía japonesa Aichi Steel [MOH2007]. El principio de funcionamiento del sensor de movimiento está basado en el fenómeno de la Magnetoimpedancia Gigante (GMI), y permite numerosas aplicaciones en el telefono móvil: GPS, juego, etc. En estos momentos la empresa japonesa se encuentra trabajando en la expansión de este sensor a otros sistemas móviles: coches, helicópteros, robots o barcos.

Últimamente se están realizando grandes esfuerzos en la fabricación de nuevos materiales magnéticos “inteligentes”. Una de estas novedosas familias de interés son los materiales multicapas bifásicos [PIR2005], donde el crecimiento de una capa externa dura sobre el elemento precursor amorfo blando (en forma de cinta, hilo o microhilo

¹ En el año 2007 recibieron el premio Nobel de Física por dicho descubrimiento y su gran revolución en el mundo de la nanotecnología.

recubierto de vidrio) [VAZ2007A,DAV2007] modifica drásticamente su comportamiento magnético. La **principal ventaja** de este tipo de materiales radica en que el **comportamiento magnético** del sistema puede ser **controlado** a través del **acoplamiento** magnético (de carácter **magnetoelástico** y **magnetostático**) entre las distintas fases magnéticas. Este hecho permite el diseño de sistemas bifásicos con propiedades magnéticas sintonizadas a través de las dimensiones y estado magnético de las diferentes capas, que son las que determinan directamente dichos acoplamientos magnéticos [TORR2007A].

Este tipo de microestructuras bifásicas abren nuevas posibilidades en el campo de los sensores multifuncionales [VAZ2006A,TORR2007B] y son un punto de partida para la futura fabricación de similares estructuras a nivel nanométrico con potenciales aplicaciones en el almacenamiento de datos donde la interacción magnetostática de la fase dura controle la inversión de la imanación de la fase blanda. En la actualidad se están realizando investigaciones al respecto, como por ejemplo el grupo de Kornelius Nielchs que se encuentra a las puertas de fabricar nanotubos bifásicos usando técnicas de deposición atómicas, ALD.

1.2 Fundamentos del magnetismo

El estudio de los campos eléctrico y magnético en el espacio ocupado por la materia, ecuaciones de Maxwell, han sido detalladamente analizados y vienen descritos en cualquier libro sobre magnetismo:

$$\begin{aligned} \nabla D &= \rho & \nabla \times E &= -\frac{\partial B}{\partial t} \\ \nabla B &= 0 & \nabla \times B &= J + \frac{\partial D}{\partial t} \end{aligned} \quad (1.1)$$

En una formulación cuasiestática (cualquier cambio en la imanación toma mucho más tiempo que el requerido para que la luz atraviese la muestra) no existen corrientes pasando a través de los materiales ni campos eléctricos (solo magnéticos) y estas cuatro ecuaciones se reducen sólo a dos definidas por la inducción magnética B y el campo magnético total H :

$$\nabla B = 0 \quad \nabla \times H = 0 \quad (1.2)$$

donde la inducción magnética viene dada por,

$$B = \mu_0 (H + M) \quad (1.3)$$

siendo μ_0 la permeabilidad magnética del vacío.

Los materiales magnéticos pueden clasificarse en tres grupos principales, según sea su respuesta a campos magnéticos externos: diamagnéticos, paramagnéticos y ferromagnéticos. La imanación de los materiales diamagnéticos o paramagnéticos responden linealmente al campo magnético,

$$M = \chi H \Rightarrow B = \mu_0 (1 + \chi) H \quad (1.4)$$

Los materiales diamagnéticos no tienen un momento magnético interno² y presentan una susceptibilidad negativa, $\chi < 0$. En presencia de un campo magnético externo, se induce un campo interno dentro de la muestra que se opone al campo externo. En este caso, la imanación M se resta al campo H . El diamagnetismo es un efecto muy débil y está presente en todos los materiales. Por otro lado, los materiales paramagnéticos, que presentan una susceptibilidad positiva, $\chi > 0$, sí que tienen un momento debido al spin de los electrones³, pero los spins de distintos átomos no interactúan entre ellos. En presencia de un campo magnético externo, la imanación se suma al campo aplicado. En el caso de los materiales ferromagnéticos, su comportamiento magnético no puede ser descrito simplemente por la ecuación (1.4), ya que estos materiales exhiben un momento magnético residual aún en ausencia de un campo externo aplicado. Es decir, presentan momento magnético debido al spin y además interactúan entre ellos, luego poseen efectos cooperativos. El ferromagnetismo puede ser descrito fundamentalmente a partir de principios de la mecánica cuántica: los átomos o moléculas que constituyen la base de un material ferromagnético exhiben un momento magnético permanente. En un material ferromagnético, al medir el momento magnético total por unidad de volumen, M , en función del campo aplicado, H , obtenemos una curva que depende de la historia magnética de la muestra, ciclo de histéresis, como se observa en la fig. 1.1. Si la imanación del material ferromagnético es saturada con un campo suficientemente grande H , y luego este campo es reducido hasta $H=0$, el material presenta una imanación remanente M_r que actúa como si el material pudiera guardar en su memoria la perturbación provocada por el campo

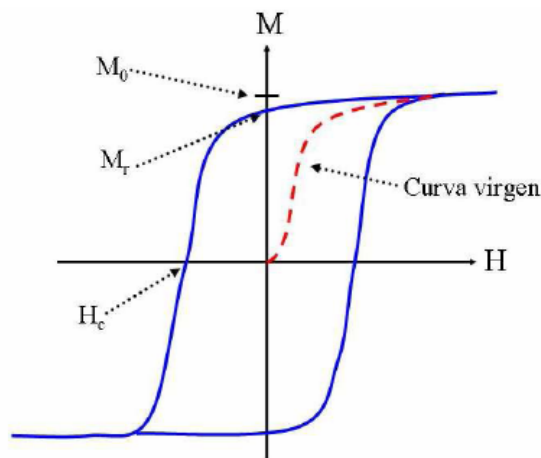


Fig. 1.1.- Ciclo de histéresis típico de un material ferromagnético.

1.3 Términos de la energía [KIT1949]

El comportamiento de un material ferromagnético viene determinado por las diferentes contribuciones a la energía total: energía de Zeeman, canje y anisotropías (magnetocristalina, magnetoelástica y de forma).

² Concretamente se refiere al momento debido al spin de los electrones, ya que los electrones del último nivel se encuentran apareados. El momento dipolar dominante es el orbital.

³ Los átomos de los materiales paramagnéticos presentan un número impar de electrones.

a) Energía Zeeman

Viene dada por la interacción de los momentos magnéticos con el campo externo:

$$E_Z = -\mu_0 \int_V M H dV \quad (1.5)$$

Donde la imanación se define como $M=n\mu_m$, siendo μ_m el momento magnético atómico y $n=N_{at}/V$ (N_{at} es el número de Avogadro y V el volumen total) Los cálculos detallados de esta energía pueden ser encontrados en [CHIK1997].

b) Energía de Canje

Esta energía se debe principalmente a la interacción de canje entre los momentos magnéticos de átomos adyacentes. Es una interacción de corto alcance y es independiente de la dirección del momento magnético total de la muestra. Esta interacción es de origen cuántico y resulta del solapamiento de las funciones de onda entre átomos vecinos en el material. La energía de interacción entre un par de átomos vecinos con spin S_i y S_j viene expresado por [HEI1928]:

$$e_{ex} = -J_{ij} \vec{S}_i \vec{S}_j \quad (1.6)$$

donde J_{ij} es la integral de canje y representa el acoplamiento entre los spines atómicos [SPI1997A, SPI1997B]. Esta energía es mínima cuando S_i es paralelo a S_j en un ferromagnético, $J_{ij}>0$, y antiparalelos en un antiferromagnético, $J_{ij}<0$. La ecuación anterior extendida a todos los pares de los primeros vecinos nos da la energía de canje total.

$$E_{ex} = -J \sum_{ij} S_i S_j = -JS^2 \sum_{ij} \cos \phi_{ij} \approx \frac{JS^2}{2} \sum_{ij} \phi_{ij}^2 \quad (1.7)$$

siendo ϕ_{ij} el ángulo entre spines vecinos. En un material ferromagnético, este ángulo es siempre muy pequeño $|\phi_{ij}| \ll 1$, luego podemos aproximar a primer orden y quedarnos con el término dependiente de la dirección de la imanación del material. Por otro lado, si introducimos los vectores unitarios \hat{m}_i y \hat{m}_j que forman un ángulo pequeño podemos usar la siguiente aproximación:

$$|\phi_{ij}| \approx |\hat{m}_i - \hat{m}_j| \approx |(r_i \nabla) \hat{m}| \quad (1.8)$$

donde r_i es el vector que une los momentos magnéticos i y j . Finalmente la energía queda expresada por la ecuación (1.9):

$$E_{ex} = \frac{JS^2}{2} \sum_{i=1}^N \sum_{S_i} [(r_i \nabla) \hat{m}]^2 \quad (1.9)$$

Mientras el primer sumatorio corre sobre toda la partícula, el segundo solo tiene en cuenta los primeros vecinos del átomo i . Cambiando el sumatorio en i por una integral a todo el volumen obtenemos:

$$E_{ex} = A \int [(\nabla m_x)^2 + (\nabla m_y)^2 + (\nabla m_z)^2] dV \quad (1.10)$$

Donde A es la constante de canje que depende del momento magnético atómico, de la integral de canje y de su estructura cristalina.

Físicamente esta energía tendrá un efecto suavizante sobre la orientación de los momentos magnéticos, forzándolos a permanecer paralelos.

c) Energía de anisotropía

Si solo existiese la energía de canje, la cual es completamente isotrópica y totalmente independiente de la dirección de la imanación, el material ferromagnético no presentaría imanación en ausencia de campo externo y a una temperatura diferente de 0 K. Sin embargo sabemos que en los materiales reales esto no es así, y la imanación presenta una dirección preferencial, denominado eje fácil de imanación (Anisotropía). La anisotropía ofrece una cierta resistencia cuando la imanación trata de modificar su dirección fuera de la dirección de dicho eje fácil. En general se consideran 3 anisotropías que gobiernan el comportamiento magnético del material: anisotropía magnetocristalina, magnetoelástica y de forma.

Anisotropía magnetocristalina: Refleja el acoplamiento entre el orden magnético y el cristalino. Esta contribución depende de la dirección de la imanación respecto a los ejes cristalográficos del material cristalino y se origina debido al acoplamiento spin-orbita de los electrones. Por ejemplo, materiales con estructura cristalina hexagonal presenta una anisotropía uniaxial formando un ángulo θ respecto al eje cristalográfico c . La energía uniaxial se escribe:

$$E_{k,crist} = -K_{crist} \int m_z^2 dV = -K_{crist} \sin^2 \theta \quad (1.11)$$

Siendo m_z la imanación en la dirección z , la cual es paralela al eje cristalográfico c , y K_{crist} una constante que depende de la temperatura y se obtiene experimentalmente. Cuando $K_{crist} > 0$, la imanación se orienta paralelamente con el eje c , mientras que para $K_{crist} < 0$, la imanación se dispone en una dirección perpendicular al eje c , en el plano ab .

En el caso de otras estructuras cristalinas, como por ejemplo la cúbica en sus diferentes variantes (CS, FCC y BCC), la situación sería más compleja, y presentaría un mayor número de ejes fáciles de imanación. Si consideramos un cristal cúbico con ejes x, y, z a lo largo de los ejes cristalográficos [CHIK1997]:

$$E_{k,crist} = K_{crist} \int (m_x^2 m_y^2 + m_y^2 m_z^2 + m_z^2 m_x^2) dV \quad (1.12)$$

Cuando $K_{crist} > 0$ existen 6 mínimos de energía equivalentes correspondientes a las direcciones x, y, z , positivas y negativas. Por el contrario cuando $K_{crist} < 0$ aparece una situación más compleja con 8 mínimos apuntando a los vértices del cubo. Así por ejemplo tenemos $K_{crist} > 0$ en el Fe, con el eje fácil en la dirección (100), mientras que para el Ni tenemos $K_{crist} < 0$, con el eje fácil a lo largo de la diagonal (111).

Anisotropía magnetoelástica: Refleja la influencia de las variaciones de la distancia entre átomos en la interacción spin-órbita y surge del acoplamiento entre la magnetostricción, λ_s , y las tensiones inducidas en el material, σ . En materiales amorfos (hilos, microhilos recubierto de vidrio y cintas amorfas) esta anisotropía es la más importante y gobierna prácticamente su comportamiento magnético. El cálculo de la energía magnetoelástica se obtiene a partir de la ecuación (1.13):

$$E_{K,elast} = -K_{elast} \int m_z^2 dv = -\frac{3}{2} \lambda_s \sigma \sin^2 \theta \quad (1.13)$$

siendo K_{elast} la constante de anisotropía magnetoelástica que depende de la magnetostricción y las tensiones inducidas.

Anisotropía de forma (Energía desimanadora): Esta anisotropía refleja el acoplamiento entre la imanación del material y su forma macroscópica. Para cualquier partícula no esférica (no isotrópica), la dirección de la imanación esta fuertemente influenciada por su forma, la cual surge de sus propiedades magnetostáticas internas. En el caso general de un elipsoide de revolución uniformemente imanado, aparecerán cargas libres en su superficie, las cuales generan un campo desimanador en el interior del elipsoide. La expresión general de la energía desimanadora se observa en la ecuación (1.14).

$$E_{dem} = \frac{\mu_0 M_s}{2} \int (N_x m_x^2 + N_y m_y^2 + N_z m_z^2) dV \quad (1.14)$$

donde N_x , N_y y N_z son los respectivos factores de desimanación relativos a los ejes x , y y z .

La energía desimanadora se puede definir también como la interacción entre la imanación del material, M , con el campo desimanador, H_{dem} . El cálculo de la energía desimanadora en función del campo desimanador fue desarrollado por Aharoni [AHA1996], obteniéndose finalmente:

$$E_{dem} = -\frac{\mu_0}{2} \int_V H_{dem} M dV \quad (1.15)$$

La energía desimanadora presenta una forma muy similar a la energía Zeeman. El factor $\frac{1}{2}$ que aparece en esta ecuación se debe a que la fuente de H_{dem} es M , es decir, es una autoenergía [JAC1975].

El campo desimanador se puede aplicar usando las ecuaciones (1.16), válidas para el caso cuasiestático:

$$\nabla \times H_{dem} = 0 \quad \nabla H_{dem} = -\nabla M \quad (1.16)$$

Como el rotacional del H_{dem} es nulo, este campo puede expresarse como el gradiente de un cierto potencial magnetostático, U_{dem} :

$$H_{dem} = -\nabla U_{dem} \quad (1.17)$$

Para entender el origen del campo desimanador, podemos pensar por analogía en el campo eléctrico, donde el material con cierta polarización crea cargas eléctricas en la superficie que son las responsables de la aparición de un potencial electrostático. De igual manera ocurre con la imanación en un material ferromagnético. Como M es continua en el material existirá una distribución de carga magnética, ρ , definida por la ecuación de Poisson [JAC1975]:

$$\nabla^2 U_{dem} = \nabla M = -\rho \quad (1.18)$$

Además sobre las superficies, la imanación deja de ser continua reduciéndose bruscamente a cero, lo cual genera la presencia de cargas superficiales, σ_s , en los bordes del material. Después de calcular las distribuciones de carga $\rho(r)$ y $\sigma_s(r)$, finalmente se obtiene una expresión para el potencial desimanador:

$$U_{dem}(r) = -\frac{1}{4\pi} \int_V \frac{\nabla M(r')}{|r-r'|} dV' + \int_S \frac{n' \cdot M(r')}{|r-r'|} dS' \quad (1.19)$$

Minimizar E_{dem} lleva consigo la rotación de los momentos magnéticos de la muestra, con el fin de obtener el número mínimo de cargas magnéticas sobre la superficie, lo que causa que el material se divida en diferentes dominios con orientación opuesta, como propuso previamente Weiss [WEI1907]. De esta manera las cargas magnéticas formadas por un cierto dominio cancelarán las cargas de los dominios adyacentes, reduciendo E_{dem} [AHA1996, LAN1981]. El balance entre la energía de canje y la desimanadora será la responsable de la formación de los dominios magnéticos como se ilustra en la figura 1.2.

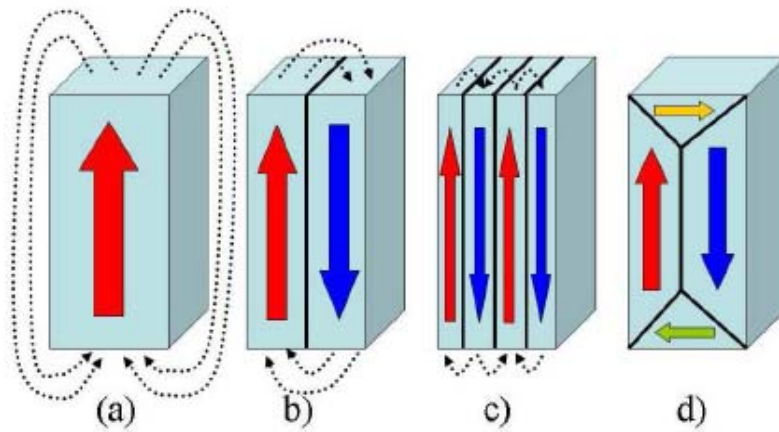


Fig. 1.2.- Representación esquemática de la formación de dominios: (a) monodominio, (b) dos dominios, (c) cuatro dominios y (d) dominios cerrados.

d) Interacciones magnéticas en sistemas multicapas

Las interacciones magnéticas existentes entre las diferentes capas en los sistemas multicapas conforman una poderosa herramienta a la hora de obtener propiedades únicas en estos tipos de materiales compuestos. Generalmente, podemos distinguir entre interacciones de corto y largo alcance.

Interacciones de corto alcance: Dentro de las interacciones de corto alcance podemos distinguir:

- Interacción de canje mediante efecto túnel: solo importante cuando las capas se encuentran a unos pocos nanómetros de distancia [SCHE1996].
- Interacción de canje directo: se da entre medios ferromagnéticos en contacto [NOG2005].
- Interacción de canje RKKY o indirecto: interacción entre medios magnéticos mediada por electrones de conducción en un medio intermedio no magnético [GRU1986,BAI1988,BLO1994].
- Interacción de Supercanje: se da en partículas ferromagnéticas inmersas en una matriz aislante.

Todas estas interacciones disminuyen rápidamente con la distancia que separa ambos medios magnéticos. En nuestros sistemas bifásicos, las diferentes capas magnéticas y el espaciador aislante (en el caso de los microhilos multicapas) presentan dimensiones micrométricas; por lo tanto todo este tipo de interacciones son totalmente omitidas. Así únicamente las interacciones de largo alcance, magnetostática y magnetoelástica, son las que gobiernan el comportamiento magnético.

Interaccion magnetostática: Esta interacción es de largo alcance y anisotrópica, favoreciendo el alineamiento paralelo o antiparalelo de los elementos de un sistema de partículas, según sea su distribución geométrica. La clásica energía dipolo-dipolo entre dos momentos magnéticos m_i y m_j separados por una distancia r_{ij} esta dada por:

$$E_{ij} = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{[m_i m_j - 3(m_i \hat{n}_{ij})(m_j \hat{n}_{ij})]}{r_{ij}^3} \quad (1.20)$$

Siendo \hat{n}_{ij} el vector unitario que une ambos momentos magnéticos.

Basándonos en la aproximación semiclásica introducida por Brown [BRO1963] es posible obtener analíticamente la energía magnetostática entre sistemas magnéticos con geometría arbitraria. En el caso de sistemas magnéticos que interaccionan:

$$E_{mag} = \sum_{i=1}^N E_{dem}(i) + \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N E_{int}(i, j) \quad (1.21)$$

donde la contribución desimanadora de cada sistema,

$$E_{dem}(i) = \frac{\mu_0}{2} \int M_i(r) \nabla U_{dem,i}(r) dV \quad (1.22)$$

y la interacción magnetostática entre ellos,

$$E_{int}(i, j) = \mu_0 \int M_i(r) \nabla U_{dem,j}(r) dV \quad (1.23)$$

Interaccion magnetoelástica: En algunos sistemas, como los microhilos multicapas, la deposición de una capa externa metálica, induce fuertes tensiones internas modificando drásticamente su comportamiento magnético. Este tipo de interacción magnetoelástica será ampliamente analizada en esta tesis, observándose que dicho efecto depende de las dimensiones de la capa externa magnética de CoNi.

Previamente, la existencia de las interacciones magnetoelásticas fue probada en microhilos multicapas con capa externa no magnética [PIR2004]. Además, la presencia de una capa intermedia de vidrio con un coeficiente de expansión térmico mucho menor que el núcleo metálico, induce tensiones termoelásticas con el cambio de la temperatura [BARA1989].

1.4 Estado del Arte

1.4.1 Materiales amorfos precursores

Los sistemas bifásicos analizados en esta tesis han sido diseñados a partir de una serie de materiales precursores con estructura amorfa, añadiéndolos una capa externa magnética. Concretamente, los materiales precursores de las cintas tricapas (TR), hilos bicapas (BW) y microhilos multicapas (MM) son las cintas amorfas (AR), hilos amorfos (AW) y microhilos recubiertos de vidrio (GCM), respectivamente.

a) Cintas amorfas (AR) [DAV2007]

El primer trabajo sobre la fabricación de láminas delgadas amorfas en Co-Au usando técnicas de deposición mediante Sputtering fue realizado por Mader y Nowick (1965) [MAD1965], siguiendo las predicciones teóricas de Gubanov en sistemas amorfos ferromagnéticos (1960) [GUB1960]. Dos años más tarde en 1967, Duwez introdujo la fabricación de aleaciones en forma de cinta mediante la técnica de solidificación ultrarrápida [DUW1967]: concretamente por el método denominado “Splat Cooling”, que consistía en impactar una gota de una aleación fundida sobre una superficie fría, provocando el enfriamiento ultrarrápido y consecuentemente la estructura amorfa. Este método fue modificado y mejorado mediante el método de “Melt-Spinning” (la aleación fundida se inyecta en una o varias ruedas verticales de Cu/Al) por Maddin y Pond en 1969 [PON1969], que es prácticamente la técnica tal y como hoy la conocemos. Esta técnica consistía en la inyección de una aleación fundida sobre una rueda de Cu girando a alta velocidad. Inicialmente se fabricaban cintas compuestas por PdCoSi y FePC, sin embargo el interés tecnológico y científico no se produjo hasta el descubrimiento de otros tipos de aleaciones amorfas más favorables basadas en CoFeNiSiB (Luborsky, 1975) con excelente comportamiento magnético blando [LUB1975]. Con la utilización de la técnica “Single roll melt-Spinning” (utilización de una única rueda vertical, como la del ICMM-CSIC), a finales de los años 70, se pudo producir cintas más finas y de mayor longitud (Liebermann and Gram., 1976; Kavesh, 1978) [KAV1978]. Un paso clave en la explotación comercial de este tipo de materiales amorfos fue el desarrollo del proceso “Planar Flow Casting” (la aleación fundida se inyecta sobre una rueda horizontal), PFC, siendo pionera la compañía americana Allied Chemical. Este proceso garantizaba una producción continua y homogénea de cintas amorfas con anchuras superiores a 300 μm y espesores entre 25-30 μm (Narashiman, 1979) [NARA1979]. Esto condujo al uso de las cintas ricas en FeSiB y CoFeSiB con alta permeabilidad y baja coercitividad como transformadores, inductores y tarjetas de seguridad en centros comerciales (Smith 1993, Hasegawa 2004) [SMI1993,HAS2004]. En los últimos 30 años han sido numerosos los grupos que han investigado las propiedades magnéticas más relevantes de las cintas: estructura de dominios, magnetostricción, GMI, etc [KRO1979,NARI1980,SOM1995, MED1996].

b) Hilos amorfos (AW) [VAZ2007A]

La fabricación de hilos amorfos con un diámetro entorno a las 100 μm fue llevado a cabo por primera vez al inicio de la década de los 70 por el método de Melt-Spinning modificado. Sin embargo, este método de producción no era muy óptimo, y no fue hasta 1976 cuando Kavesh [KAV1976] introdujo un método con éxito basado en la solidificación de una aleación líquida inyectada en agua. El primer trabajo sobre el atractivo comportamiento magnético de los AW fue publicado en 1975 por O'Handley [OHA1975]. Años más tarde en 1981 el método de fabricación de los AW fue mejorado por Ohnaka y Masumoto [MAS1981, OHN1982] y comercializado por la empresa UNITIKA Ltd (Japón), adquiriendo su nombre actual "Quenching technique into rotating water" (solidificación ultrarrápida en agua rotando). Durante la década de los 80 fueron llevados a cabo relevantes trabajos científicos bajo la supervisión del Prof. Mohri en Japón y Humphrey en USA [HUM1987]. A principio de los años 1990, otros grupos se involucraron activamente en la investigación de esta familia de materiales amorfos, prestando especial atención a: i) la fabricación y caracterización estructural, Davies en Sheffield (1992) [OLO1992]; observación de dominios magnéticos; Yamasaki en Kyushu (1992) [YAM1992, YAJ1993]; biestabilidad magnética, Vázquez en Madrid (1990 y 1994) [MIT1990, VAZ1994A, VAZ1995]; y comportamiento magnetoelástico por Squire y Gibbs en Bath (1994) [SQU1994]. Además el efecto de la Magnetoimpedancia Gigante en hilos no magnetostrictivos fue simultáneamente redescubierto en 1994 por Panina y Morhi en Nagoya [PAN1994] y Beach and Berkowitz en San Diego [BEA1994]. Recientemente, numerosos grupos de investigación en Europa y especialmente en Japón están poniendo un gran esfuerzo en la utilización de dichos fenómenos en diferentes dispositivos sensores.

c) Microhilos recubiertos de vidrio (GCM) [VAZ2007A]

Sus primeros orígenes datan de 1924 en Estados Unidos, cuando G. E. Taylor consiguió obtener por primera vez delgadas y cortas fibras metálicas recubiertas de vidrio [TAY1924]. Más tarde, en 1941, Makowski consiguió mejorar el método de Taylor, situando la aleación en un tubo horizontal de vidrio. La temperatura de fusión debía ser 100-200 °C inferior a la temperatura de ablandamiento del vidrio. Cuando el metal había sido totalmente fundido y el vidrio alcanzaba la temperatura adecuado de ablandamiento, ambos eran llevados fuera del tubo de vidrio tirando cuidadosamente y con la ayuda de un chorro de gas. Este método no fue introducido en la industria debido a la limitada longitud de microhilo obtenido (solo un par de metros) y a la imposibilidad de controlar los parámetros de fabricación. En 1957, el Prof. A. Ulitovsky introdujo un novedoso método de producción de microhilos cubiertos por vidrio con un diámetro de núcleo de hasta 1 μm [ULI1957]. Esta técnica de manufacturación de microhilos, que es la que se usa actualmente, fue denominada método modificado de Taylor-Ulitovsky. Años más tardes, fueron publicados los primeros trabajos acerca de sus propiedades mecánicas, por Nixdorf en Alemania (1967) [NIX1967] y Goto en Japón (1977) [GOT1977], y magnéticas por un número de investigadores de la Europa del Este (Kraus de la República Checa y Schneider Alemania del Este en 1976 [KRA1976]). Las excelentes propiedades de absorción electromagnética que presentaba los GCM en un amplio rango de los microondas, atrajo el interés de la Unión soviética durante los años 80 por su posible uso como elementos absorbentes antirradar en vehículos militares. Así, dicho trabajo de investigación fue desarrollado de manera independiente por grupos de diferentes zonas dentro de la Unión soviética (Kishinev, Moscú y Leningrado). En los principios de los años 90, los primeros trabajos en revistas occidentales fueron llevado a cabo por Chiriac en Rumania y Vázquez en España (1994 y 1995)

[CHIR1994,ZHU1995] a través de sus contactos con Larin y Torcunov en Amotec Ltd, Moldavia [BARA1989]. El interés de los GCM residía en que poseían las mismas excelentes propiedades que los hilos amorfos fabricado por solidificación ultrarrápida en agua en rotación con la ventaja que los GCM podían ser usados como elementos sensores en nuevos dispositivos de pequeño tamaño debido a su reducido diámetro y a su cubierta externa de vidrio [VAZ2001A,VAZ2001B]. A partir de los estudios preliminares de la escuela rusa, muchos otros grupos, además de los ya mencionados con anterioridad, han continuado con la investigación de los GCM: Valenzuela en México, Knobel en Brasil [KNO2003], Ström-Olsen [ROD1995] y Yelon en Canada [YEL1996] (Estudio en altas frecuencias, GMI y FMR), Zhukov en España [ZHU2003], Antonov y Usov en Rusia (cálculos teóricos y electrodinámica aplicada), Manov en Israel (Advanced Metal Technologies), Varga en Eslovaquia (estudio de la dinámica de propagación de una pared de dominio en microhilos biestables) [VAR2005]

1.4.1.1 Comportamiento magnético

El comportamiento magnético en estas tres familias de materiales amorfos está gobernado por la anisotropía de forma pero principalmente por la anisotropía magnetoelástica. Dicha anisotropía esta determinada por el acoplamiento entre la magnetostricción, λ_s , y las tensiones inducidas durante el proceso de solidificación ultrarrápido [BARA1989,CHIR1997A]. También pueden ser inducida una anisotropía magnetoelástica mediante diferentes tratamientos térmicos (por aplicación de temperatura o corriente DC) y mecánicos [NIE1980,CHIZ2004,ZHU2005]. Además, en el caso de los GCM, la presencia de la capa de vidrio induce tensiones internas por cambios de temperatura como consecuencia de los diferentes coeficientes de expansión térmica de cada una de las capas [VAZ2004,VAZ2006B].

a) Cintas amorfas [PIR2001]

Las cintas amorfas con comportamiento magnético blando, baja coercitividad y alta saturación, presenta largas paredes de dominios lo cual se debe principalmente a la ausencia de grandes imperfecciones como en el caso de estructuras cristalinas. La estructura general de dominios en este tipo de materiales fue propuesta por Kronmüller [KRO1979], donde el proceso de imanación bajo la aplicación de un campo axial es controlado por dos procesos:

- i) A campos bajos, el crecimiento de los dominios de cierre ocurre principalmente por movimiento de paredes de 180° , figura 1.3a, lo cual es favorable desde el punto de vista energético. El campo magnético al cual los dominios de cierre se encuentran saturados depende de la constante de anisotropía magnetoelástica, K , y de la imanación de saturación:

$$H_I = \frac{K}{\mu_0 M_s} \quad (1.24)$$

- ii) En un segundo proceso a campos mayores, la inversión de la imanación esta dominada por la rotación de dominios como ilustra la figura 1.3b. Así, la imanación de la cinta queda totalmente saturada para un campo magnético H_H .

$$H_{II} = \frac{2K}{\mu_0 M_s} \quad (1.25)$$

A veces puede ocurrir que los dos procesos de imanación se den simultáneamente a la misma vez.

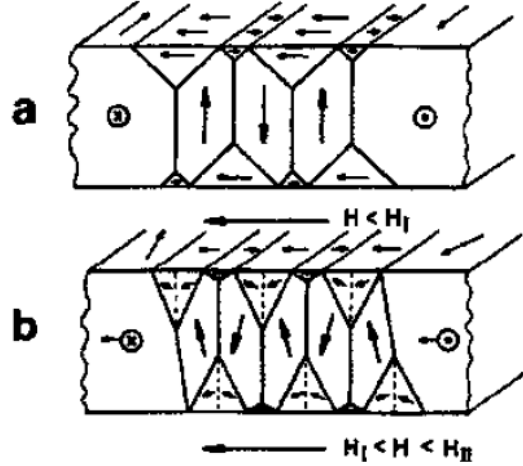


Fig. 1.3.- Proceso de imanación de una cinta amorfa: (a) Crecimiento de los dominios de cierre para $H < H_I$ y (b) y rotación de la imanación espontánea para $H_I < H < H_{II}$ [KRO1979].

b) Hilos y microhilos amorfos [GAR2006]

Acorde con el valor de λ_s , podemos dividir a los AW y GCM, respectivamte en tres familias.

Aleaciones ricas en Fe con $\lambda_s > 0$: En los microhilos ricos en Fe de magnetostricción positiva, del orden de 10^{+5} , el ciclo de histéresis axial presenta una forma cuadrada con un único salto Barkhausen en el campo de inversión H_{sw} conocido como campo Switching, figura 1.4a. El origen de la biestabilidad está relacionado con la estructura de dominios particular de estos microhilos: en la remanencia está formada por un núcleo cuasi-monodominio imanado en la dirección axial, y en la superficie cuenta con una estructura de dominios cuyo eje de imanación fácil es radial, tal como muestra esquemáticamente la figura 1.4b.

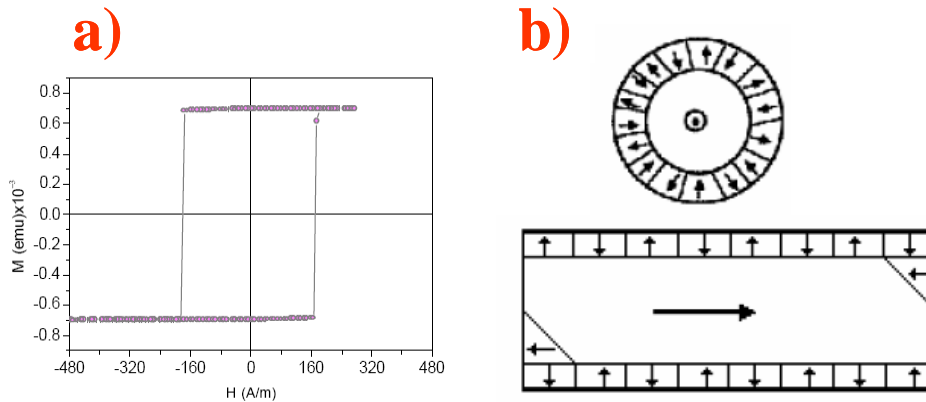


Fig. 1.4.- (a) Ciclo de histéresis típico de un microhilo con composición $\text{Fe}_{77.5}\text{Si}_{17.5}\text{B}_{15}$. (b) Estructura de dominios de un microhilo con magnetostricción positiva [GAR2006].

En los extremos aparecen dos estructuras de dominios de cierre para disminuir la alta energía magnetostática que aparecería asociada a las cargas magnéticas en los extremos de la muestra. Para una cierta longitud crítica, las estructuras de cierre en los extremos se solapan, debido al incremento del factor desimanador al disminuir la longitud, y desaparece el monodominio axial y con él la bistabilidad de la muestra [SEV1992].

Aleaciones ricas en Co con $\lambda_s < 0$: El proceso de imanación de los microhilos ricos en Co con magnetostricción negativa, del orden de -10^{-6} , consiste de una rotación cuasi-reversible de la imanación desde la dirección circunferencial hasta la axial, con el incremento de campo aplicado, lo cual otorga al ciclo de histéresis una forma anhisterética y tumbada, figura 1.5a [ZHU2001,NEA2001]. Generalmente, este tipo de ciclos solo es válido en los GCM, ya que en los AW (hilos fabricados en agua rotando), figura 1.5b, aparecen ciclos biestables para este tipo de composiciones ricas en Co, debido a que el núcleo central es suficientemente grande [VAZ2007A]. En estos hilos, el eje de fácil imanación es circular, lo que determina una configuración circular de la estructura de dominios. No obstante en torno del eje del hilo debe existir un núcleo con imanación axial, para reducir la energía de canje, como la que se indica en la figura 1.5c.

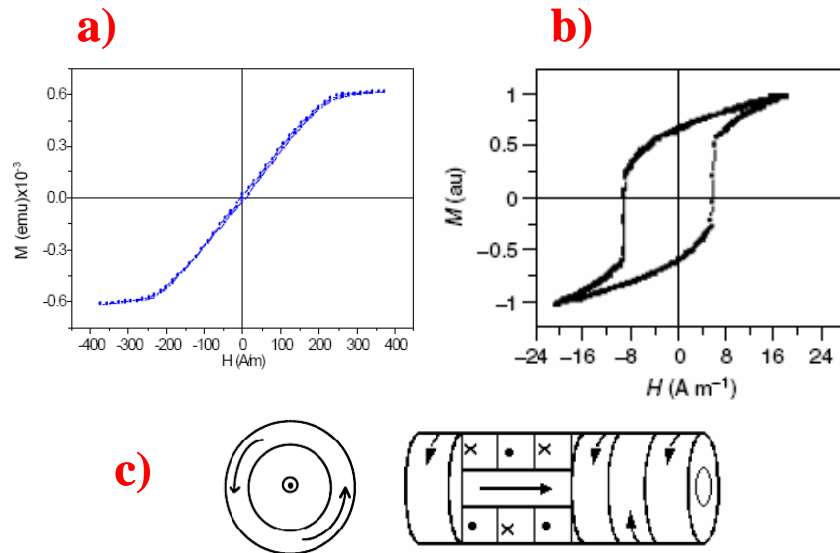


Fig. 1.5.- Ciclo de histéresis típico de (a) AW y (b) GCM rico en Co. (c) Estructura de dominios de un microhilo con magnetostricción negativa [GAR2006,VAZ2007A].

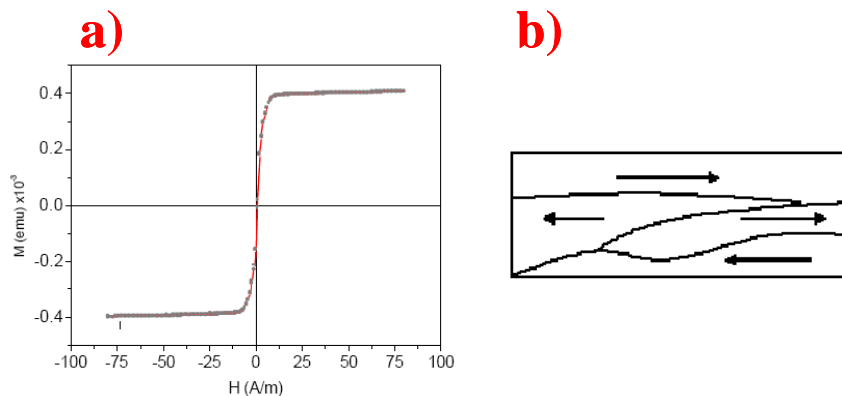


Fig. 1.6.- (a) Ciclo de histéresis típico de un microhilo no magnetostrictivo basado en CoFe. (c) Estructura de dominios de un microhilo con magnetostricción nula [GAR2006].

Aleaciones ricas en CoFe con $\lambda_s \sim 0$: Los microhilos con magnetostricción prácticamente nula, $|\lambda_s| \leq 10^{-7}$, no poseen una estructura de dominios bien definida, presentando un comportamiento ultrablando con altos valores de permeabilidad inicial, figura 1.6a, en cuya estructura existe un gran número de paredes revirtiendo a campos muy débiles, figura 1.6b.

1.4.1.2 Propiedades magnéticas relevantes

a) Biestabilidad [VAZ2001A,GAR2006]

Los hilos que exhiben la característica de biestabilidad, tal como se ha indicado anteriormente, poseen una inversión de la imanación que va desde un estado de energía estable hasta otro, por medio de un salto Barkhausen. En la figura 1.7 se muestra una representación esquemática de la estructura de dominios (las flechas indican la dirección de imanación dentro de cada dominio) durante los diferentes estados del proceso de imanación correspondiente a las etapas de un ciclo de histéresis. En la remanencia (a), cuando se aplica un campo magnético en dirección antiparalela al núcleo imanado axialmente, las estructuras de dominios de cierre existentes se alargan hacia el centro de la muestra. (b) En el campo de inversión, la pared de uno de los dos dominios de cierre se desengancha de forma irreversible y se desplaza hacia el extremo opuesto de la muestra, dando lugar a un cambio en la imanación (c). Este modo de propagación de pared puede ser alternante, provenir de un extremo distinto en cada proceso de inversión, o unidireccional, dependiendo de agentes externos como campos aplicados o esfuerzos.

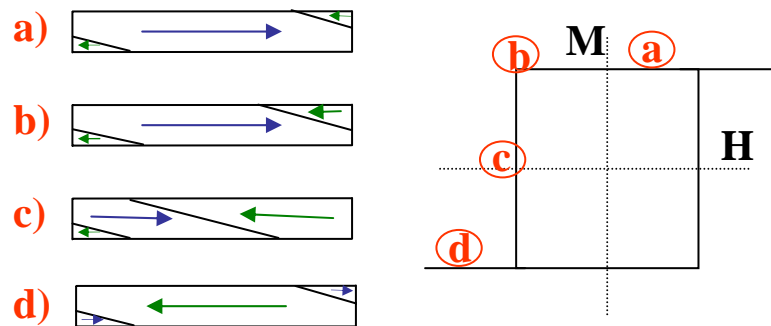


Fig. 1.7.-Ciclo biestable y correspondientes estados de imanación [VAZ1995,GAR2006].

b) GMI [COS2006]

La magnetoimpedancia (MI) es la variación de la impedancia, debido al efecto pelicular, que experimentan los materiales ferromagnéticos ante cambios de campo magnético. En el caso de los microhilos amorfos CoFe con comportamiento ultrablando, la impedancia experimenta cambios muy bruscos en campos magnéticos muy pequeños y recibe la denominación de magnetoimpedancia gigante, GMI⁴.

El efecto pelicular se puede describir en los siguientes términos: hacemos pasar una corriente AC de frecuencia angular ω ($I_z = I_0 \ell^{e^{i\omega t}}$) a través de un medio conductor. Según la ley de Ampere dicha corriente genera un campo magnético AC perpendicular, H_{AC} . A su vez, H_{AC} crea un campo eléctrico E (según la ley de Maxwell para el

⁴ A lo largo de la tesis hablaremos indistintamente de GMI y MI para referirnos al mismo fenómeno.

rotacional del campo eléctrico) y sus consiguientes corrientes inducidas de Foucault. Resolviendo la ecuación de Maxwell que gobiernan el sistema se obtiene una densidad de corriente,

$$J_z = J_0 e^{-x/\delta(1-i)} \quad (1.26)$$

donde x es la dirección que une el centro del conductor con su superficie (perpendicular a z), tomada de tal manera que en la superficie $x=0$ [RAM1993]. Así, la amplitud de la corriente depende de x y de la longitud de penetración definida por la ecuación (1.27):

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega \sigma \mu}} \quad (1.27)$$

siendo σ la conductividad eléctrica y μ la permeabilidad al campo magnético H_{AC} inducido (de dirección transversal). Por lo tanto, según la ecuación (1.27), cuanto mayor es la conductividad, la permeabilidad o la frecuencia de la corriente, más tiende ésta a concentrarse en la superficie. Este fenómeno es conocido como “efecto pelicular” y fue estudiado hace ya más de un siglo por Lord Rayleigh [RAY1887].

El efecto pelicular tiene una influencia directa sobre la impedancia Z de la muestra, ya que no estará determinada por toda la sección transversal, sino solo por la región por la que circula la corriente. Dado que Z es inversamente proporcional al área de dicha región, esto implica que el aumento de la conductividad, de la frecuencia y de la permeabilidad produce una reducción de la longitud de penetración y un aumento de Z . Durante las medidas de GMI, ω y σ son constantes, luego ésta estará basada en las variaciones de la permeabilidad, controlada por el campo magnético externo DC, H_{DC} .

En la figura 1.8 podemos ver una curva típica de GMI para dos muestras con anisotropía transversal (a) y axial (b), esto es, perpendicular o paralela al eje del hilo o cinta, respectivamente. Notar que en el caso de hilos con geometría cilíndrica, es más adecuado hablar de anisotropía circular en lugar de transversal.

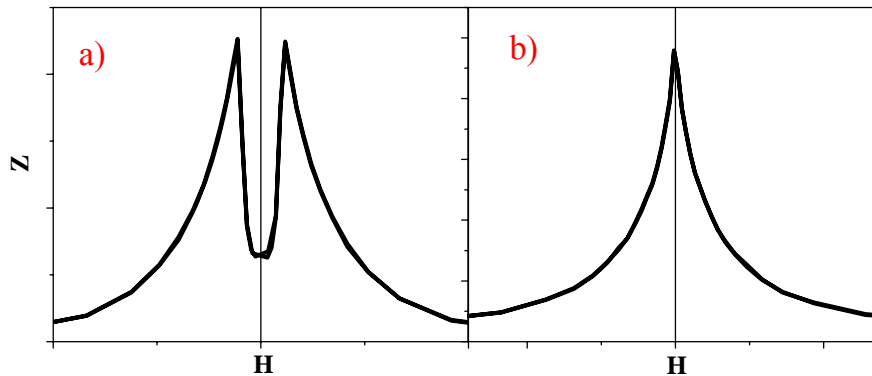


Fig. 1.8.- Típica curva de MI para dos muestras con diferente anisotropía: (a) transversal y (b) axial.

Anisotropía transversal (figura 1.8a): En ausencia de H_{DC} , las variaciones de H_{AC} apenas influyen en M , siendo la permeabilidad transversal $\mu_t(Z)$ baja. Si aplicamos un campo magnético pequeño en dirección axial, la posición de equilibrio de la imanación se desplazará un cierto ángulo respecto de la dirección transversal y la imanación oscilará apreciablemente entorno a dicha posición de equilibrio acorde con la fase del campo alterno, incrementándose $\mu_t(Z)$. A medida que se va aumentando H_{DC} ,

M va rotando hacia la dirección axial y $\mu_t(Z)$ va aumentando. Para $H=\pm H_k$ (Campo de anisotropía) la anisotropía es compensada y la imanación rota libremente entorno a la posición axial, siendo $\mu_t(Z)$ máximo. Finalmente si aumentamos más H_{DC} , la posición de equilibrio de M no varía y la única diferencia es que se encuentra más sujeta, por lo que disminuye $\mu_t(Z)$, tendiendo asintóticamente a $\mu_0(R_{DC})$.

Anisotropía axial (figura 1.8b): En este caso, la muestra ya se encuentra saturada axialmente en ausencia de H_{DC} y por lo tanto un aumento de este solo puede fijar aún más la M disminuyendo la $\mu_t(Z)$.

Desde el punto de vista práctico, las muestras más interesantes son aquellas con comportamiento ultrablando y anisotropía transversal, dado que generalmente alcanzan valores de GMI y sensibilidad mucho más altos que en el caso axial [KRA1999].

c) FMR [COS2006]:

Al aplicar un campo estático H_{DC} sobre un material magnético, los momentos magnéticos de los electrones comienzan a precesar entorno a la dirección de dicho campo con una frecuencia angular ω_0 , llamada frecuencia de Larmor,

$$\omega_0 = \gamma \mu_0 H_{DC} \quad (1.28)$$

donde γ es la razón giromagnética del momento magnético. Si introducimos un segundo campo alterno H_{RF} , la imanación precesa ahora variable en el tiempo y entorno a un campo total H_{tot} determinado por la suma vectorial de los dos campos. H_{tot} forma un cierto ángulo θ con el H_{DC} , de modo que la amplitud de oscilación es 2θ , figura 1.9a. Si hacemos crecer la frecuencia ω del campo alterno aproximándonos a la frecuencia de Larmor, H_{tot} tiende a alinearse con H_{RF} , aumentando el ángulo θ y la permeabilidad transversal μ_t . Cuando la frecuencia de excitación se equipara a ω_0 , H_{tot} es perpendicular a H_{DC} , con lo que la precesión se da entre las orientaciones paralelas y antiparalelas, figura 1.9b. Este fenómeno se conoce como Resonancia Ferromagnética, FMR, y produce valores de permeabilidad con una magnitud mucho mayor que a bajas frecuencias.

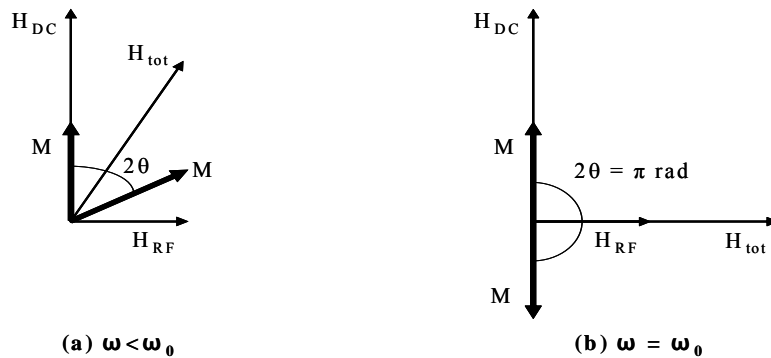


Fig. 1.9.- Amplitud de precesión de la imanación a medida que la frecuencia angular de la excitación se acerca a ω_0 [COS2006].

La dependencia de la imanación respecto al tiempo puede obtenerse directamente a partir de la precesión de la imanación en un campo magnético, introducida por Landau-Lifshitz [LAN1981].

$$\frac{dM}{dt} = -\gamma_0 M \times H_{eff} \quad (1.29)$$

El movimiento de precesión no se prolonga indefinidamente, sino que su amplitud decrece progresivamente debido a pérdidas de energía de interacción de los momentos magnéticos con otros electrones y átomos del sistema (amortiguamiento) hasta alinearse con H_{tot} [OHA200]. La rapidez de este proceso está controlado por el tiempo de relajación τ [VAL1994,CHIK1997]. Si la frecuencia de excitación es suficientemente baja como para que la imanación llegue a alinearse con H_{tot} antes de que la dirección de este cambie, entonces la imanación es cuasiestática. Si por el contrario, la frecuencia es suficientemente elevada, siendo el periodo del campo alterno comparable con τ , entonces éste cambia de dirección antes de que la precesión desaparezca y se dice que la imanación es de carácter dinámico.

La ecuación (1.29) representa una precesión no amortiguada de la imanación, sin embargo, la imanación observada experimentalmente decae en un tiempo finito. El amortiguamiento no ha sido derivado aún teóricamente y se debe añadir como un término fenomenológico, obteniéndose la ecuación de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG):

$$\frac{dM}{dt} = -\gamma_0 M \times H_{eff} + \alpha M \times \frac{dM}{dt} \quad (1.30)$$

donde α representa el parámetro de amortiguamiento de Gilbert.

La explicación anterior refleja una visión clásica de la FMR, pero ésta también puede describirse cuánticamente: la aplicación de un campo magnético externo produce en la materia un desdoblamiento de los niveles energéticos de los electrones, ($\Delta E_z = -m\mu_0 H_{DC}$, siendo m el momento magnético total), fenómeno conocido como “efecto Zeeman”. Si hacemos incidir una radiación electromagnética tal que su energía ($E_{rad} = h\nu$) coincide con ΔE_z , entonces los electrones son excitados hasta el nivel superior del desdoblamiento para caer al estado base posterior, cuyo proceso es controlado por el amortiguamiento o tiempo de relajación τ .

Acorde con la descripción clásica, la permeabilidad crece a medida que se igualan las frecuencias de precisión y del campo alterno, alcanzando un máximo cuando son idénticas. Este comportamiento se puede modelizar a partir de la resolución de la ecuación de la dinámica de LLG:

$$\mu_t = \frac{\mu_{DC}}{1 - \left(\frac{\omega}{\omega_r}\right)^2 + \frac{2i\omega\Delta\omega}{\omega_r^2}} \quad (1.31)$$

donde μ_{dc} es la permeabilidad DC, ω_r es la frecuencia de resonancia y $\Delta\omega$ es la anchura de la misma. La permeabilidad resultante según esta expresión se puede observar en la figura 1.10. La permeabilidad tiene carácter complejo, lo cual modeliza el desfase existente entre el campo alterno y la imanación. Así en resonancia, μ' se anula mientras μ'' es máximo, reflejando un desfase de $\pi/2$ rad [ACH2003]. La anchura de la resonancia $\Delta\omega$ es inversamente proporcional a τ . Así mientras un pico alto y estrecho refleja un bajo amortiguamiento (relajación lenta), una resonancia ancha representa un gran amortiguamiento (relajación rápida). Por lo tanto, la transición del régimen cuasiestático al dinámico se da cuando $\omega \sim \Delta\omega$.

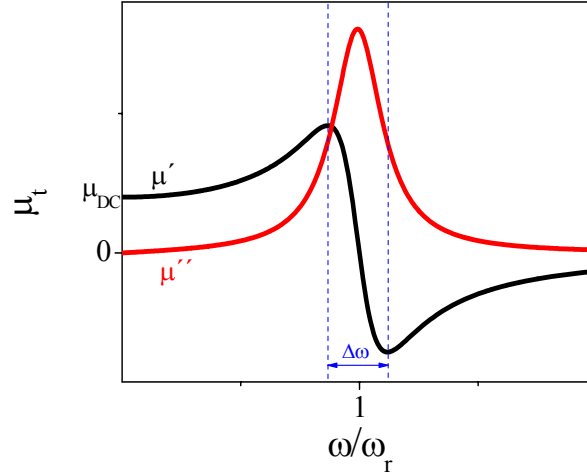


Fig. 1.10.- Permeabilidad transversal en función de la frecuencia angular: parte real (μ') e imaginaria (μ'').

Finalmente es importante puntualizar que la frecuencia de resonancia dada por la ecuación (1.28) solo se cumple en el caso ideal de una esfera y en ausencia de anisotropía. Para cualquier otro tipo de material debemos considerar el campo efectivo que actúa sobre la muestra teniendo en cuenta el campo desimanador con sus respectivos factores desimanadores (N_x , N_y y N_z) y el campo de anisotropía H_k [KIT1948].

$$\omega_0 = \omega_r = \mu_0 \gamma \sqrt{[H_{DC} \pm H_k + (N_x - N_z)M_s][H_{DC} \pm H_k + (N_y - N_z)M_s]} \quad (1.32)$$

siendo M_s la imanación de saturación. El signo (\pm) es positivo si la muestra presenta anisotropía axial y negativo si es transversal [KRA2003A]. Un caso particular muy interesante en el contexto de esta tesis, es la geometría plana donde el espesor es mucho menor que su anchura (cintas y láminas delgadas). Así para H_{DC} aplicado axialmente, la ecuación (1.32) queda simplificada:

$$\omega_0 = \omega_r = \mu_0 \gamma \sqrt{(H_{DC} \pm H_K) + (H_{DC} \pm H_K + M_s)} \quad (1.33)$$

Esta expresión puede ser correctamente ampliada a hilos donde la corriente excitadora se concentra en su superficie por efecto pelicular.

Si bien hay pocas dudas acerca de la imanación cuasiestática en la MI, no existe una total unanimidad sobre el papel que desempeña en ella la FMR. Probablemente la tesis más aceptada [KNO2002, KRA2003A, VIN2006] es aquella que distingue tres grandes rangos de frecuencia, en los cuales el comportamiento de la magnetoimpedancia presenta fundamentalmente diferentes orígenes:

Frecuencias bajas: Cuando la frecuencia es demasiado baja para que exista efecto pelicular, las variaciones de impedancia se dan principalmente en la parte imaginaria, debido al efecto magnetoinductivo. El límite de este rango depende del espesor de la muestra; desde algunos kHz (cintas e hilos) hasta decenas de MHz (láminas delgadas).

Frecuencias intermedias: En este rango las variaciones de MI son debidas a cambios en la permeabilidad transversal como consecuencia del efecto pelicular. En este proceso intervienen tanto movimientos de paredes (solo hasta 1 MHz) como la rotación de la imanación.

Frecuencias altas: en este rango también la MI es debida al efecto pelicular, pero en este caso la imanación se comporta dinámicamente. La aparición de la FMR produce grandes incrementos de permeabilidad transversal [BRI2000A], lo cual a su vez se traduce en grandes cambios de la profundidad de penetración. Las curvas de MI no presentan picos en H_k , sino que se desplazan a campos mayores según aumenta la frecuencia.

1.4.1.3 Aplicaciones tecnológicas [VAZ2007A]

Gracias a las exclusivas propiedades magnéticas de los materiales amorfos, un gran número de aplicaciones tecnológicas han sido propuestas durante los últimos 30 años [VAZ1996].

a) Materiales con alta magnetostricción

i) La mayoría de las aplicaciones basadas en la biestabilidad tienen su principio de funcionamiento en el agudo pico de voltaje inducido en una bobina detectora enrollada alrededor del elemento amorfo, obteniendo una respuesta optimizada en el caso por ejemplo de los hilos de Wiegand [RAU1989,MOH1994A]: podemos destacar conmutadores, sensores de posición y velocidad, sensores empleados en sistemas de seguridad como tarjetas de identificación (similares a los códigos de barra) donde el voltaje inducido presenta un comportamiento multipico procedente de un conjunto de microhilos con diferente campos switching [HER1993]. ii) De las aplicaciones basadas en la magnetoelasticidad, podemos mencionar: líneas de retardo, sensores de velocidad del sonido [HRI1992,HRI1997], convertidores analógico-digital [MEY1992], sensores de corriente DC basado en el efecto inverso Wiedemann [PUL1991], sensores de torsión, sensores termoelásticos en los GCM haciendo uso de los diferente coeficientes térmicos entre el núcleo ferromagnético y el vidrio, viscosímetro cuyo principio de funcionamiento reside en la rotación inducida por campo magnético [VAZ2001C] y sensor magnetoelástico para la identificación de firmas [ZHU1998].

b) Materiales con baja magnetostricción

Este tipo de materiales con comportamiento magnético ultrablando presenta una amplia gama de dispositivos sensores: i) Punta magnética en microscopio SP-STM (Spin-Polarized Scanning Tunneling Microscopy), donde las vibraciones inducidas magnetostrictivamente son significativamente reducidas [WUL2001]. ii) Todos los dispositivos basados en el efecto GMI: La mayoría de ellos han sido diseñados en Japón por el grupo de Morhi y la empresa Aichi Steel, sensores magnéticos usados como GPS en teléfonos móviles, en la industria automovilística, en la supervisión de la circulación de coches, etc [MOH1994B,MOH1997,MOH2002]. iii) En el efecto de las tensiones sobre la impedancia [COB2001], principalmente en aplicaciones biomédicas: detector de tumores, aplicaciones biomecánicas [MOH1994B,MOH1997,MOH2002,SON1995] y biomoleculares en el caso en que el material amorfo es recubierto por un anticuerpo, etc [KUR2005]. iv) Aplicación en dispositivos de absorción electromagnética [BARA1998A,BELO2002,BARA2003]: apantallamiento electromagnético en todo tipo de vehiculos militares y civiles; y diseño de materiales con indice de refracción negativa (Metamateriales) [VES1967], los cuales bajo ciertas condiciones de frecuencia y campo presentan permeabilidad magnética y permitividad dieléctrica negativa.

1.4.2 Nuevos materiales: “Composites” y multicapas

En los últimos años se han producido numerosos intentos para fabricar nuevos materiales a partir de los materiales amorfos (AR, AW y GCM): Materiales “composites” y materiales multicapas con comportamiento magnético bifásico.

a) Materiales “composites”[VAZ2007A]

Dentro de los materiales “composites” podemos distinguir dos familias: i) Los materiales nanocristalinos que son obtenidos a partir de aleaciones de FeSiB y CoFeSiB a las cuales se les añade elementos como Cu y Nd y se les aplica más tarde un tratamiento térmico. Dependiendo de la temperatura del tratamiento térmico, el material presenta un comportamiento más blando o duro del estado de partida [ARC1996,CHIR1997B]. ii) Materiales granulares y materiales “nanocomposite” con comportamiento magnético duro. La inclusión de elementos adecuados endurece el comportamiento magnético, forma nuevas fases duras o justamente mejora el mecanismo de anclaje de la pared. Así, por ejemplo la utilización de elementos inmiscibles en microhilos amorfos unido a posteriores tratamientos térmicos da lugar a sistemas granulares [WAN1997,SIN1999,ZHU1999]. Por otro lado, adecuados tratamientos térmicos en aleaciones de FePt o CoPt producen cambios de fase de FCC desordenada (blanda) a FCT ordenada (dura) [TORR2008A].

b) Materiales multicapas

Nuestro laboratorio ha sido un grupo pionero en la fabricación y exhaustivo estudio de las propiedades magnéticas de los sistemas multicapas bifásicos basados en los materiales amorfos precursores introducidos en el apartado 1.5.1. Inicialmente, Pirotta en 2004 introdujo los microhilos multicapas (MM) con comportamiento monofásico [PIR2004]. Esta novedosa familia de MM estaba compuesto por un GCM sobre el cual se había depositado una capa externa metálica no magnética combinando técnicas de sputtering y electrodeposición. Las interacciones magnetoelásticas inducidas durante el proceso de sputtering/electrodeposición, modificaba drásticamente el comportamiento del núcleo.

En la actualidad, Torrejón, Badini y Vázquez han llevado a cabo un profundo estudio y análisis de MM con comportamiento magnético bifásico, donde la capa externa es también magnética y presenta un comportamiento más duro que el núcleo amorfo [PIR2005]. En estos sistemas bifásicos, El acoplamiento magnetostático además del magnetoelástico introducido por la fase dura gobierna el comportamiento magnético de la fase blanda [TORR2007A]. Este estudio del acoplamiento magnético ha sido extendido a otros dos tipos de materiales bifásicos: las cintas tricapas (TR) [KRA2007] y los hilos bicapas (BW) [VAZ2007B], los cuales están basados respectivamente en los materiales precursores AR y AW⁵. Con lo que estos materiales, que pueden ser fabricados controlando exhaustivamente sus propiedades magnéticas, presentan un gran potencial en su uso como sensores multifuncionales [VAZ2006A] y el diseño de nuevos metamateriales con aplicaciones de absorción electromagnética.

⁵ Realmente los AW y BW poseen diámetros micrométricos entorno a 120-150 μm , sin embargo en la presente memoria los denominaremos como hilos para diferenciarlos de la otras familias de microhilos con menor diámetro y con capa de vidrio

1.5 Estructura de la tesis

En el primer capítulo de la tesis, INTRODUCCIÓN, hemos situado el contexto en el que se enmarca la tesis, introduciendo los fundamentos del magnetismo, los diferentes términos de la energía que contribuyen el comportamiento magnético de los materiales y el estado del arte de los sistemas bifásicos analizados en esta memoria.

El segundo capítulo esta dedicado a las TÉCNICAS EXPERIMENTALES usadas en la investigación, que se dividen en técnicas de fabricación y técnicas de caracterización. La primera parte describen la preparación de las muestras, que se ha llevado a cabo en el ICMM-CSIC (Madrid) y combinan diferentes métodos: solidificación ultrarrápida, sputtering y electrodeposición. En la segunda parte, presentamos las técnicas usadas para el análisis de las propiedades magnética, prestando especial atención a las técnicas inductivas, magnetométricas y de análisis de alta frecuencia, GMI y FMR.

En los capítulos 3, 4 y 5 se muestran los RESULTADOS EXPERIMENTALES y las diferentes interpretaciones sobre el comportamiento magnético de los sistemas bifásicos.

El capítulo 3 presenta los resultados correspondientes a la CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA: Micrografías y análisis de la composición superficial de cada una de las capas de los sistemas bifásicos, estudio de la composición en volumen y espesor de las capas externas en función de los parámetros de electrodeposición y análisis de RX de las capas magnéticas.

El capítulo 4 dedicado a la CARACTERIZACIÓN MAGNÉTICA, ciclos de histéresis, es la parte central de la tesis y esta dividido en tres partes. i) **Análisis de M-H a alto campo:** Estudio del carácter bifásico de los diferentes sistemas en función de las dimensiones de la capa externa depositada por electrodeposición. ii) **Análisis de M-H a bajo campo con la fase dura desimanada:** Estudio del acoplamiento magnetoelástico en sistemas bifásicos con vidrio (microhilos multicapas) en función de las dimensiones de la capa externa y de la temperatura. iii) **Análisis de M-H a bajo campo con la fase dura preimanada:** Estudio del acoplamiento magnetostático en función de las dimensiones y estado magnético de la fase dura. En esta última parte del capítulo 4, el estudio más completo y exhaustivo lo hemos desarrollado en cintas tricapas, donde su geometría y dimensiones permitió extender el análisis a perfiles de imanación.

El capítulo 5 extiende el análisis del acoplamiento magnético al rango de las altas frecuencias: Estudio de la GMI y FMR en los microhilos multicapas CoFe/CoNi y Fe/CoNi. En este apartado, solo hemos estudiado estos dos sistemas magnéticas debido a que el comportamiento ultrablando del núcleo, la presencia de la capa de vidrio y sus reducidas dimensiones los hace más interesante desde el punto vista tecnológico que el resto de sistemas bifásicos. La GMI ha sido evaluado en el rango entre 1 y 500 MHz, mientras que la FMR entre 1 MHz y 15 GHz.

El capítulo 6 está dedicado a las APLICACIONES TECNOLÓGICAS, concretamente al desarrollo de un dispositivo sensor multifuncional usando como elemento sensor los microhilos multicapas bifásicos. En este capítulo también se discute brevemente las originales propiedades de absorción electromagnética que presentan los microhilos multicapas, lo cual les hace muy atractivo para aplicaciones en sistemas antirradar y en el diseño de nuevos metamateriales.

Finalmente, en el capítulo 7 se introduce un MODELO TEÓRICO basado en simulaciones micromagnéticas para microhilos multicapas CoFe/CoNi. En la primera parte se presenta el modelo micromagnético para un GCM rico en CoFe (sin capa

externa de CoNi), dividido en dos partes: estático (cálculo del ciclo de histéresis) y dinámico (cálculo de los modos de spin y susceptibilidad a altas frecuencias). En la segunda parte intentamos extender dicho modelo a nuestro sistema bifásico, donde el efecto del acoplamiento magnetoelástico es fácil de introducir considerando una anisotropía magnetoelástica efectiva, mientras que el cálculo del campo “bias” debido al acoplamiento magnetostático fue realizado por Juan Escrig (Universidad de Santiago de Chile).

Las principales CONCLUSIONES de la investigación se incluyen en el capítulo 8 de la memoria.

Capítulo 2

Técnicas Experimentales

2.1 Técnicas de fabricación

La fabricación de los sistemas bifásicos analizados en este trabajo se obtiene mediante la combinación de varias técnicas:

-Cintas tricapas (TR): “Melt-spinning” (o enfriamiento ultrarrápido en rueda de Cu) y electrodeposición.

-Hilos bicapas (BW): “Quenching into rotating water” (o solidificación ultrarrápida en agua en rotación) y electrodeposición.

-Microhilos multicapas (MM): “Quenching and Drawing” (o solidificación ultrarrápido y estiramiento), sputtering y electrodeposición.

2.1.1 Solidificación ultrarrápida

El proceso como su nombre indica consiste en el enfriamiento ultrarrápido de la fase “líquida”, de forma que se “congela” la aleación, obteniéndose a temperatura ambiente la misma estructura interna que tendría a una temperatura superior, donde por agitación térmica los átomos estarían desordenados. El objetivo es conseguir una velocidad de enfriamiento lo suficientemente rápida para que los átomos no tengan tiempo de reordenarse hacia su estado de mínima energía libre, esto es, hacia la estructura cristalina con periodicidad traslacional de largo alcance. En los vidrios aislantes convencionales, el ritmo de enfriamiento para alcanzar ese desorden puede ser tan reducido como 10 K/s , mientras que para el metal puro el ritmo necesario sería del orden de 10^{10} K/s . En la actualidad no existen procedimientos experimentales que desarrollen semejantes ritmos de enfriamiento. Por lo tanto, es necesario añadir al metal puro metaloides para reducir el ritmo de enfriamiento a 10^6 K/s .

Las aleaciones obtenidas por las técnicas de enfriamiento ultrarrápido son del tipo MT-M (metal de transición–metaloides) y son termodinámicamente metaestables. Las composiciones de las familias más típicas obtenidas por solidificación ultrarrápida tienen la forma típica de MT_xM_y , con Fe, Co y/o Ni como MT (metal de transición) y Si y B como M (metaloides). El porcentaje atómico x se encuentra típicamente entre 70 y 80 %. Algunas veces, las aleaciones también pueden contener un pequeño porcentaje de otros elementos tales como Cr, Mn, Al, Cu y Nb que mejoran las propiedades mecánicas, magnéticas o la resistencia a la corrosión. Así por ejemplo, microhilos FeSiBCuNb pueden mejorar su comportamiento magnético ultrablando con un adecuado tratamiento térmico: la parcial desvitricación puede resultar en una estructura nanocristalina homogénea y estable con las anisotropías magnetocristalina y magnetoelástica balanceadas [VAZ1994B,ARC1996].

La presente técnica de fabricación también permite añadir metales puros como Ag, Au, Cu, Ni, Sn, Pb and Pt y semiconductores como Ge, Si o Bi.

Sin embargo con algunos de estos elementos existen algunas limitaciones: por ejemplo, el contenido de Cr en aleaciones de Ni y Co no puede superar el 20 %; el contenido de Mo, W, V en aleaciones de Ni, Co y Fe no pueden superar el 8-10 % en porcentaje atómico; y también algunas limitaciones más relacionadas con la temperatura de fusión que no puede ser demasiado elevada. *A priori* las tierras raras y los metales que reaccionan con el vidrio y la atmósfera (Ti, Cr, Mo, W, Nb, Al, Na, La and Nd) no son muy adecuados para esta tecnología. Sin embargo, existen algunas excepciones, ya que los mejores imanes del mundo de composición FeNdB están fabricados por la técnica de “Melt-Spinning”, recibiendo posteriormente un adecuado tratamiento térmico para obtener una fase nanocristalina. Por lo tanto este tipo de aleaciones con tierras raras requiere una especial precaución usando un alto vacío durante su fabricación a fin de evitar la oxidación.

Las principales ventajas de los métodos de fabricación por solidificación ultrarrápida son:

- i) Repetición de las propiedades de los materiales en la producción en masa.
- ii) Amplio rango de variación de los parámetros de fabricación (geométricos y físicos).
- iii) Fabricación de varias decenas de metros (hilo y cinta amorfa) y kilómetros (microhilos amorfos recubiertos de vidrio) de muestra continua.
- iv) Control y ajuste de los parámetros geométricos.

El lector puede encontrar un estudio más detallado sobre de las condiciones necesarios para la obtención de aleaciones amorfas mediante las técnicas de solidificación ultrarrápida en [GAB2005]: Diagramas de la viscosidad en función de la temperatura, diagramas de la entalpía y calor específico durante el proceso de solidificación, diagramas de aleaciones binaria y ternarias en función de la composición [DAV1983], diagramas TTT (Time Temperature Transformation curves) mostrando las condiciones críticas para la formación de una estructura amorfa con tasas de enfriamiento de 10^6 K/s [ANA1987].

En esta tesis, las aleaciones han sido obtenidas mediante el uso de un horno de arco eléctrico comercial, de la compañía alemana GmbH. Los elementos puros de partida usados en la formación de la aleación han sido adquiridos en la compañía Goodfellow y presentan una alta pureza de 99.999 %.

A continuación se describen las tres técnicas de enfriamiento ultrarrápido usadas en este trabajo: “Melt-spinning” (cintas amorfas), “Quenching into rotating water” (hilos amorfos) y “Quenching and Drawing” (microhilos amorfos recubiertos de vidrio).

2.1.1.1 “Melt-spinning”[GAR1999A,DAV2007]

La pastilla de la aleación madre se introduce en un crisol de cuarzo que posee un orificio en su parte inferior del orden de las décimas de milímetro. La pastilla se funde mediante un horno de inducción a 1500 °C, y en atmósfera inerte de Ar. El horno de inducción posee una potencia regulable entre 1 y 5 kW siendo su frecuencia de funcionamiento de 2500 kHz. La bobina inductora consta de cinco espiras huecas, y refrigeradas por agua. Dichas espiras están enrolladas entorno al crisol de cuarzo en cuyo interior se introduce la aleación. Al estar la muestra compuesta en más de un 80 % por

metales, se producen corrientes de Foucault inducidas de radiofrecuencia que provocan el calentamiento y fusión de la muestra. Para provocar la expulsión de la aleación fundida sobre la rueda de Cu girando se aplica una sobre presión de argón de una atmósfera. La aleación fundida sale por el orificio del crisol impactando sobre la rueda que gira a elevada velocidad, enfriándose en pocos milisegundos y obteniéndose una muestra en forma de cinta de decenas de micra de espesor y anchura entre 1 y 3 mm. Entre los parámetros de fabricación que influyen en el espesor, anchura y características de la muestra podemos citar: la velocidad de rotación de la rueda, la presión de Ar que provoca la expulsión de la aleación del crisol, el diámetro del orificio del crisol de cuarzo y la inclinación del crisol respecto a la rueda, la distancia entre crisol y rueda y la temperatura de la aleación en el momento de la expulsión.

La rueda de Cu empleada en este trabajo (Instituto de Ciencias Materiales de Madrid) es de 22 cm de diámetro, y la inyección de la aleación se produce sobre una rueda girando aproximadamente a 3000 rpm, siendo la velocidad lineal en la zona de impacto de unos 30 m/s. Al ser el Cu un buen conductor térmico actúa como sumidero de calor provocando el enfriamiento de la aleación a un ritmo de 10^6 K/s. Hay que puntualizar que las ruedas no tiene porque ser de Cu, de hecho a menudo las ruedas pueden ser de aleaciones de Al o bien de aleaciones de Cu-Al al 50-50 %. Cu y Al poseen diferentes propiedades térmicas y tales composiciones presentan un mejor resultado. Por otro lado, algo similar se puede remarcar con el uso de Ar, ya que el He es mejor pero más caro.

En la Fig. 2.1 podemos observar una ilustración del proceso de fabricación, junto a la imagen de una de la maquinas utilizada (ICMM).

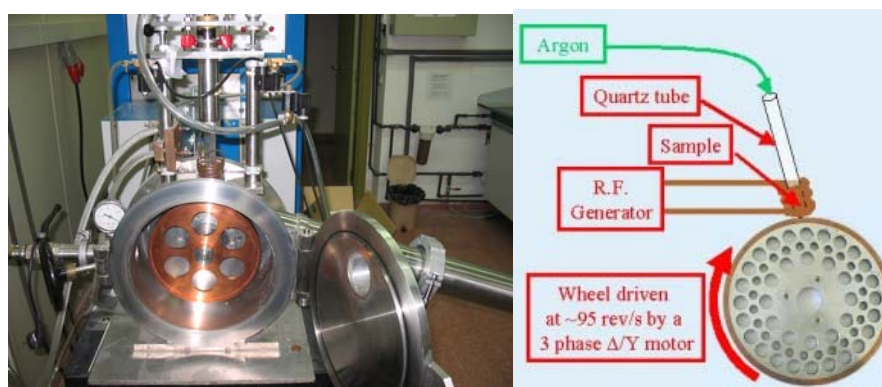


Fig. 2.1.- Máquina de fabricación de cintas en el Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid y su correspondiente esquema explicativo.

2.1.1.2 “Quenching into rotating water” [GAR1999A, VAZ2007A]

El método consiste en la inyección de una aleación fundida en un flujo de agua. El agua se introduce en la parte interna de un toroide hueco que gira a gran velocidad arrastrando el agua y manteniéndola en su interior por fuerza centrífuga. La velocidad tangencial del toroide es de aproximadamente 10 m/s, siendo su diámetro de 62 cm. Al incidir el metal fundido sobre el agua, se produce una rápida transferencia de calor que

congela la posición de los átomos, obteniéndose un amorfo sólido. La aleación fundida sobre el agua adquiere forma cilíndrica reduciendo la energía o tensión superficial. En este proceso se pueden obtener hilos con diámetros entre 80 y 160 μm . Los parámetros que determinan el diámetro y las características de las muestras son las mismas que para las cintas amorfas, añadiendo otro parámetro muy importante como es la relación entre la velocidad tangencial del agua rotando y la velocidad de inyección de la aleación. En la figura 2.2 podemos observar una ilustración del proceso de fabricación, junto a imágenes de la maquina utilizada (ICMM).

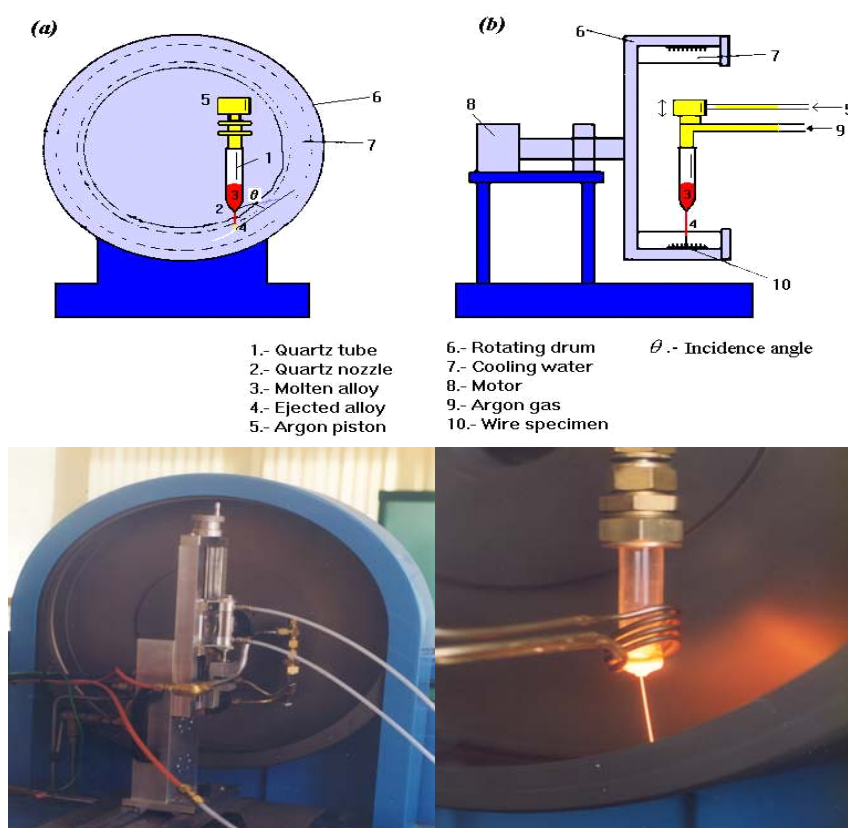


Fig. 2.2.- Esquema explicativo e imágenes de la máquina de fabricación de hilos amorfos en el Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid.

2.1.1.3 “Quenching and Drawing” [GAR2006,GAR2007,VAZ2007A]

La técnica consiste en el estiramiento de un capilar vítreo dentro del cual esta confinada la aleación metálica. El tubo de vidrio con la aleación precursora en su interior se introduce en la espira de un horno de inducción. La aleación es calentada hasta su temperatura de fusión, lo cual provoca un ablandamiento en la capa vítrea y permite el estiramiento de la muestra. La cantidad de vidrio utilizada en este proceso y el diámetro del núcleo metálico están regulados por el parámetro de alimentación continua del tubo y la aleación a través de la zona del inductor. El material se enfría más rápidamente mediante la

inyección de agua. Una vez solidificado, el microhilo recubierto de vidrio (GCM) es llevado a una bobina giratoria situada en la parte inferior del equipo que asegura la continuidad del proceso y recoge el material obtenido. La velocidad de rotación de la bobina, el vacío en el tubo, la tasa de alimentación del crisol y de la aleación, además de la velocidad de enfriamiento son factores que influyen directamente en las propiedades magnéticas de la muestra por lo que su control dentro del proceso de fabricación resulta esencial. Las fotos de las figuras 2.3 y 2.4 muestran detalles de la fabricación de los GCM.

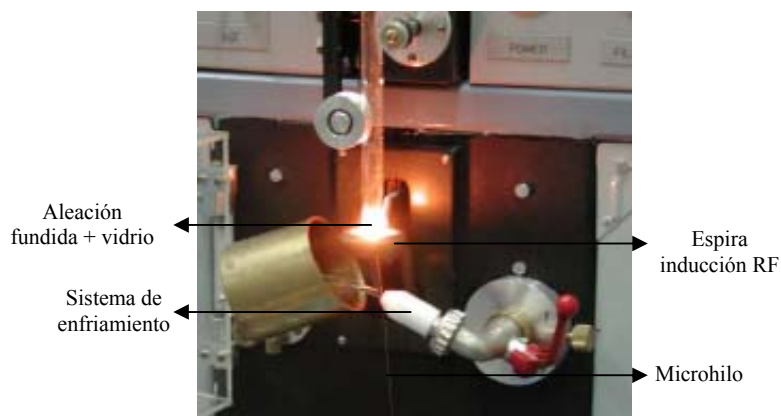


Fig. 2.3.- Detalle de la fabricación de GCM por el método modificado de Taylor-Ulitovsky.

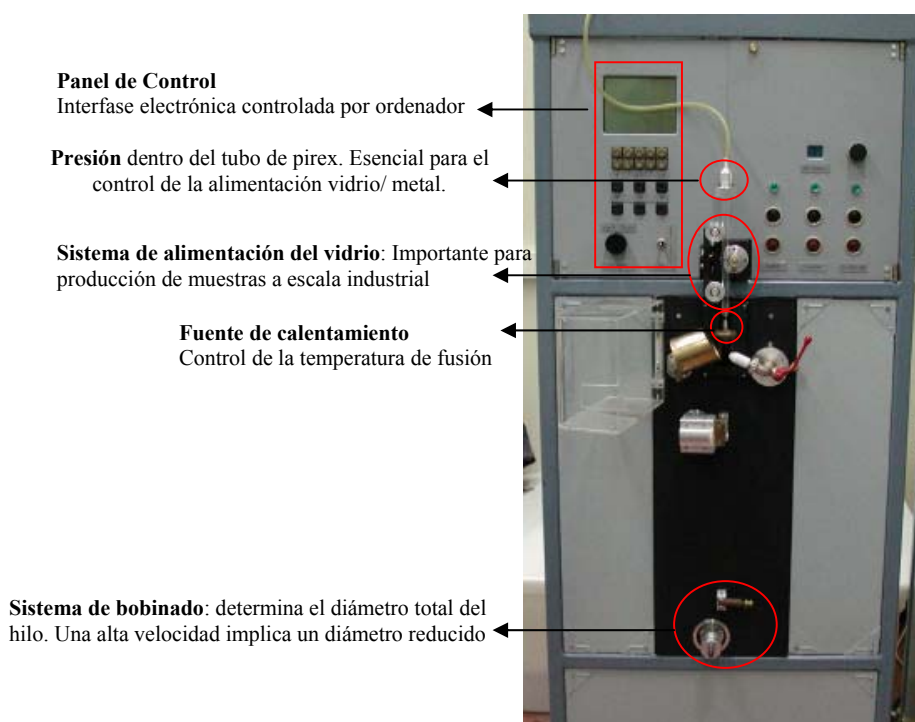


Fig. 2.4.- Máquina de Fabricación de GCM en el Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid.

Los microhilos recubiertos de vidrio tienen un gran atractivo tecnológico debido a sus sobresalientes propiedades magnéticas y mecánicas, pequeñas dimensiones, amplio rango geométrico y aumento de la resistencia a la corrosión.

Este método permite el control de la microestructura y las características geométricas (diámetro interior y espesor vítreo), de modo que su comportamiento magnético [TORC2002], forma del ciclo de histéresis, queda estrictamente determinado. Es posible reducir el diámetro metálico del microhilo al aumentar la velocidad del bobinado recolector situado en la parte inferior del sistema. Para fines de estabilización en la producción de muchos metros de microhilo con las mismas características, la velocidad de alimentación del vidrio resulta un parámetro muy importante. La figura 2.4 muestra los paneles de la máquina de producción.

La capa vítrea induce una configuración de tensiones residuales determinadas por el proceso de enfriamiento, mientras que la composición de la aleación determina su constante de magnetostricción λ_s , y ambas magnitudes determinan una anisotropía magnetoelástica que define su comportamiento magnético, como ya se comentó en el apartado 1.4.1.1.

2.1.2 Sputtering de bajo vacío

Esta técnica se emplea únicamente en la fabricación de los microhilos multicapas. En esta etapa se realiza la deposición de una delgada capa de un metal noble con espesor nanométrico sobre la superficie del microhilo recubierto de vidrio. Esta capa va a desempeñar la función de electrodo/substrato para la posterior electrodeposición de la capa magnética externa. Para poder aplicar la técnica de la electrodeposición se necesita que la superficie del substrato sea conductor, y en el caso de los GCM la superficie es aislante. En principio se podría pensar en usar otras técnicas para depositar la capa magnética externa que no tuvieran como requisito que la superficie del sustrato fuese conductor y evitar este paso intermedio, tales como: sputtering de ultra alto vacío, CVD, PVD, etc; pero resultan técnicas muy caras, complejas y solo ideales para la deposición de capas con espesor nanométrico. Sin embargo la electrodeposición, en oposición, es una técnica muy barata, simple e ideal para la deposición de capas de espesor micrométrico, que son las dimensiones que nos interesan.

Generalmente, podemos distinguir tres tipos de sputtering: Sputtering DC con diodos, ideal para trabajar con materiales conductores a presiones de bajo vacío; Sputtering de diodos en RF, adecuado para la deposición de materiales aislantes; y Sputtering con magnetron, que trabaja a presiones de ultra-alto vacío con un mejor control del espesor depositado. Nos centraremos en el primero que es el que hemos usado en este trabajo, ya que en nuestro caso queremos depositar un material conductor y no necesitamos una gran precisión en el espesor de dicho material depositado.

El sistema para hacer Sputtering DC con diodos es el más sencillo de todos y está constituido por un par de electrodos planos que nos sirve como cátodo y ánodo. En la cara del cátodo que da al plasma se sitúa el blanco que queremos evaporar, y refrigeramos la otra con agua. En el ánodo colocamos los substratos sobre los que queremos evaporar. Cuando en la cámara de Sputtering mantenemos una presión de 0.1 Torr y aplicamos a los electrodos, a través de unas resistencias de 1 a 10 $k\Omega$, unos kilovoltios se produce un plasma. Los iones de Ar de este plasma son acelerados contra el cátodo, atacando así el

material depositado sobre éste (Sputtering), que es evaporado y se va a depositar sobre los substratos, para formar laminas delgadas [ALB2003]. Un esquema general de un sistema de Sputtering DC de diodos es mostrado en la figura 2.5.

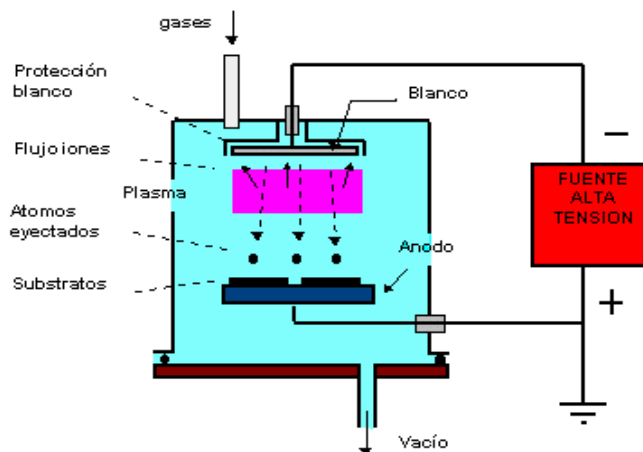


Fig. 2.5.- Esquema de un equipo de bombardeo catódico, Sputtering “diodo”.

En este trabajo se ha utilizado un Sputtering DC comercial de bajo vacío con atmósfera controlable de Argón, Metalizador Polaron SC7620, figura 2.6. El modelo SC7620 tiene un cabezal metalizador de deflexión magnética con una tarjeta fácil de sustituir (oro/paladio como estándar). La corriente de plasma puede variarse al ajustar el nivel de vacío utilizando la válvula de entrada de argón; el voltaje de plasma está preajustado. El Cilindro de Pyrex de 100 mm de diámetro está montado sobre un collar de aluminio y sellado con “o rings”. El pequeño tamaño de la cámara de vacío se traduce en escaso tiempo de vaciado y tiempos de trabajo muy rápidos. Esto permite también utilizar una bomba rotatoria económica. El sistema está controlado manualmente por un temporizador de 180 s con resolución de 15 s. La presión y corriente se controlan por indicadores analógicos [ANAME].



Fig. 2.6.- Imágenes del Metalizador Polaron SC7620, usado en el ICMM-CSIC.

Para nuestro microhilos hemos utilizado Au como metal noble, debido a que es uno de los elementos con mejor conductividad y además presenta una velocidad de crecimiento mayor respecto a otros metales nobles, ver figura 2.7. Para todos los microhilos multicapas

se han usado los mismos parámetros de deposición: 12 mA de corriente de plasma, 10^{-1} mbar de presión y un tiempo de 6 min, que mirando a la figura se corresponde aproximadamente a 30 nm de espesor.

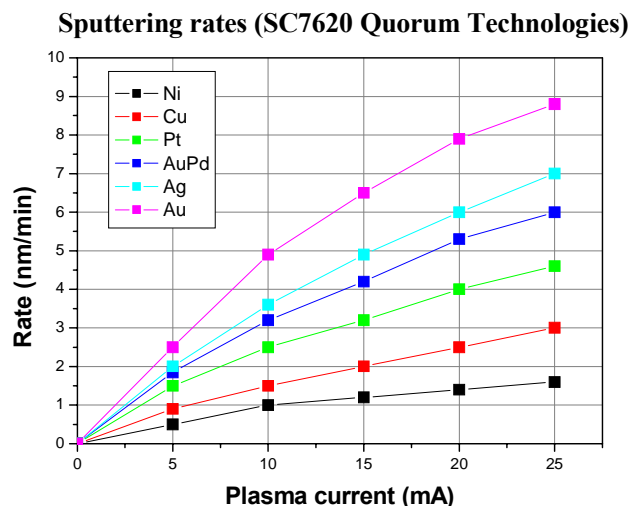


Fig. 2.7.- Velocidad de crecimiento del material depositado por Sputtering en función de la corriente del plasma para diferentes elementos.

2.1.3 Electrodeposición [GAR1999B,PAU1998,NAV2006]

a) Definición de la electrodeposición

La deposición electroquímica de metales y aleaciones implica la reducción de los iones metálicos a partir de un electrolito como una solución acuosa, orgánica o de sales fundidas. En este trabajo siempre se han utilizado soluciones acuosas en todas las deposiciones. La reducción de iones metálicos M^{Z+} se representa como:



Este proceso se puede realizar mediante dos métodos:

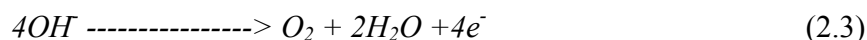
- i) Si los Ze^{-} son aportados por una fuente de alimentación externa, se denomina electrodeposición.
- ii) Si en la solución existe un agente reductor, éste será el que aporte los e^{-} sin necesidad de una fuente de alimentación externa, y se denomina “electroless”.

Ambos procesos constituyen la deposición electrolítica. En nuestro trabajo, mediante procesos de electrodeposición provocaremos sobre un sustrato la reducción de determinados elementos existentes en el electrolito. Para realizar la deposición se ha utilizado una celda electrolítica como la que muestra la figura 2.8.

La reacción dada por la reacción (2.1) representa la deposición de un metal M sobre el ánodo que actúa de sustrato. Sin embargo, en ocasiones sucede que los cationes que se reducen son los protones de la disolución que pueden originar burbujas de hidrógeno molecular según la reacción (2.2):



En el otro electrodo se produce la reacción de oxidación en la que los aniones se descargan suministrando e^{-} . Cuando el anión es un ión hidróxido se obtiene Oxígeno molecular según (2.3):



y se dice que se trabaja con un electrodo inerte. Por el contrario, si se alcanza el potencial de oxidación del metal que forma el ánodo, se produce su disolución tal que:



En el proceso de electrodeposición es frecuente trabajar usando como cátodo uno de los metales que se desea electrodepositar. De este modo, mientras el metal se va depositando en el ánodo y la cantidad de iones metálicos en el electrolito se va reduciendo, el cátodo se disuelve aportando nuevos iones (recargando la solución).

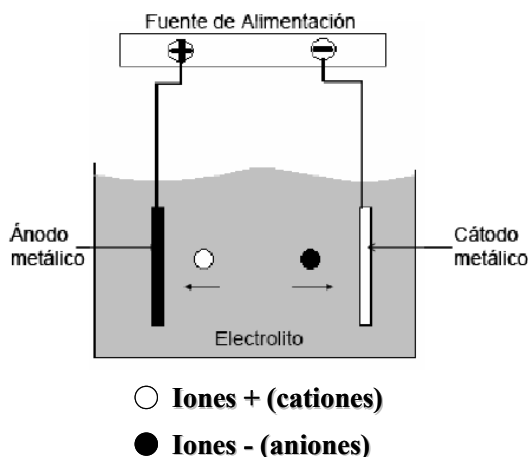


Fig. 2.8. Esquema de una celda de electrodeposición

b) Leyes de Faraday

Faraday definió la existencia de una relación entre la carga que circula por el circuito durante el proceso de electrodeposición y la cantidad de material depositado en cada electrodo. Estas relaciones se conocen como las Leyes de Faraday [FAR1834]:

- i) La masa de un material depositado en un electrodo es directamente proporcional a la carga que ha fluido por dicho electrodo.
- ii) Las masas de distintas sustancias depositadas por una misma carga son directamente proporcionales a las valencias que poseen cuando están en forma iónica.

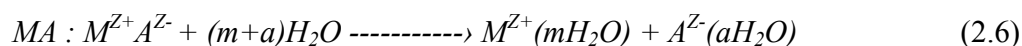
Estas leyes indican que la carga que ha fluido por la celda debe coincidir con la carga aportada por los átomos que reaccionan en cada electrodo y se puede resumir en la ecuación:

$$\int_0^t Idt = neN_{at} \frac{m}{t} \quad (2.5)$$

siendo I la intensidad de corriente, t el tiempo de duración de la deposición, N_{at} el número de Avogadro, m la masa depositada, P_{at} el peso atómico de esta sustancia, n su valencia y e la carga del electrón. Esta ecuación es válida si solo se deposita una sustancia en el electrodo considerado. Cuando reaccionan varias sustancias en un mismo electrodo, cada una requiere una parte de la carga eléctrica, utilizando en vez de la carga total una fracción de la misma.

c) Soluciones acuosas

Utilizando cristales iónicos (como por ejemplo NaCl) que están compuestos de iones positivos y negativos, su proceso de disolución, MA , se puede representar mediante la reacción:



En el proceso se pueden considerar dos etapas como son la separación de los iones (rotura de los enlaces químicos que los unen) de la red cristalina y la interacción de estos con las moléculas de agua (hidratación) que ocurrirán simultáneamente durante la disolución.

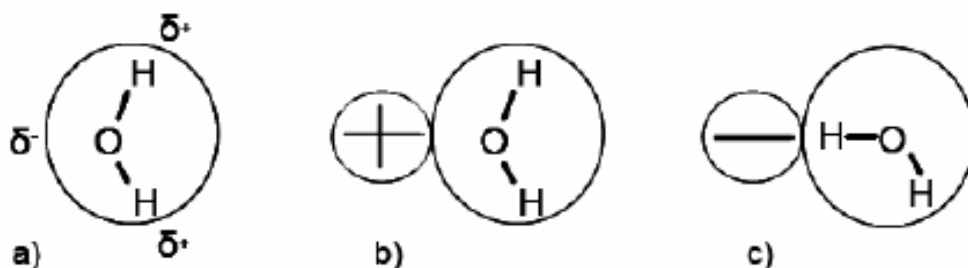


Fig. 2.9.- Esquema de la distribución de cargas de la molécula de agua (a) y su orientación con respecto a iones positivos (b) o negativos (c).

Dado que el enlace O-H está polarizado, el H tiene una pequeña carga + mientras que el O la tiene -. Debido a la geometría de la molécula de H₂O, contará con un dipolo permanente. Utilizando el modelo Ión-Agua, existirán fuerzas de interacción entre el ión y las moléculas de agua de modo que estas se orientarán en las vecindades de cada ión (fig. 2.9). Como resultado, cierta cantidad de moléculas de agua en las inmediaciones de cada ión se orientan preferentemente formando una celda primaria de hidratación (fig. 2.10). El ión y esta primera región de moléculas de agua formarán una única entidad que se moverá conjuntamente debido a la temperatura o a la influencia de un campo eléctrico. Alrededor de la celda primaria de hidratación aparece una segunda región donde las moléculas de agua se encuentren parcialmente orientadas.

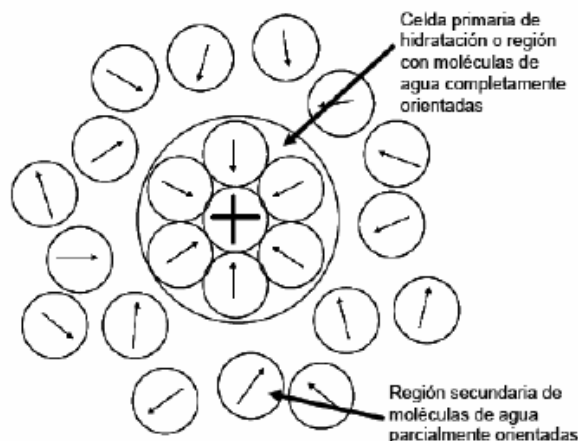


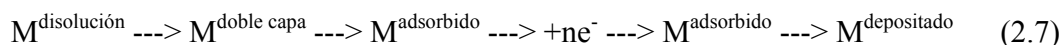
Fig. 2.10.- Esquema de una región primaria de moléculas de agua completamente orientadas alrededor de un ión (celda primaria de hidratación) y una secundaria con las moléculas parcialmente orientadas.

d) Interfase metal-solución

Si sumergimos un metal M en una solución acuosa de iones M^+ , ambas fases contendrán dichos iones y se producirá su intercambio entre las dos fases. Por lo tanto algunos iones de la red cristalina del metal se introducirán en la solución y viceversa. Considerando que dejan la red cristalina del metal más iones M^+ de los que entran, se producirá un exceso de electrones o de carga negativa en el metal. En el electrolito, en los alrededores del metal, tenderán a aparecer más iones M^+ debido al efecto atractivo originado por el exceso de carga negativa en el metal. Si tenemos una solución acuosa, el exceso de carga en el metal producirá una redistribución y reorientación de los dipolos de agua en el electrolito.

Por otro lado, cuando los iones metálicos se encuentran en el electrolito están hidratados (rodeados de moléculas de agua). Si aplicamos una diferencia de potencial entre los electrodos, se rompe el equilibrio electrostático y los iones tienden a desplazarse hacia los electrodos. Para explicar el comportamiento de los iones en este movimiento se ha usado el modelo de la “triple capa” de Grahame. Según lo cual (fig. 2.11), aparece una capa de difusión que es la región donde se producen los fenómenos de transporte y permite el abastecimiento de iones al electrodo. Al alcanzar el electrodo, algunos iones se deshidratan parcial o totalmente (pierden los dipolos de agua que los rodeaban) mientras otros permanecen hidratados. De este modo se origina la doble capa de Helmholtz con un plano interno originado por los centros de iones totales o parcialmente deshidratados y otro externo dado por los iones hidratados.

Finalmente, los iones deshidratados absorbidos en el ánodo se han de reducir hasta convertirse en átomos neutros y se difundirán superficialmente sobre el sustrato hasta que alcance una posición estable en la zona de crecimiento del depósito. Los distintos pasos del proceso de electrodeposición los podemos resumir en el esquema:



La velocidad del proceso total viene dado por aquel paso intermedio que sea más lento y puede acelerarse aumentando la diferencia de potencial externa.

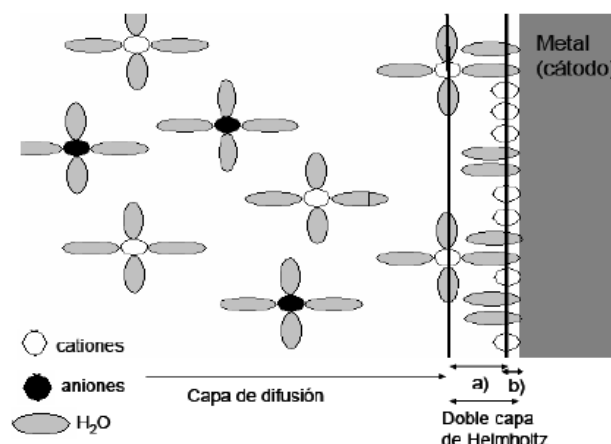


Fig. 2.11.- Diagrama del modelo de tres capas de una interfase solución-metal. En la doble capa de Helmholtz se distinguen dos planos como son el externo (a) y el interno (b).

e) Potencial del electrodo

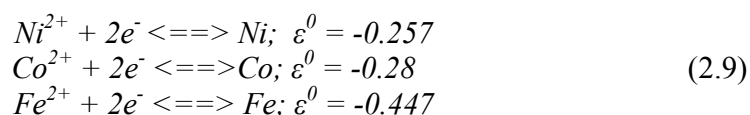
Dado un electrolito y los dos electrodos sumergidos en él, es posible predecir qué sustancias tenderán a oxidarse y cuales a reducirse conociendo el valor del potencial de reducción, ε , en la reacción del tipo:



Si el potencial de reducción es positivo ($\varepsilon > 0$), la reacción de reducción de la sustancia analizada es espontánea (en la ecuación 2.8 de izquierda a derecha). Por el contrario, si es negativo ($\varepsilon < 0$), la reacción espontánea será la de oxidación (de derecha a izquierda).

Conocido el significado del valor del potencial de reducción, puede entenderse la necesidad de hacer circular una corriente eléctrica mediante una fuente externa para depositar ciertos materiales. Dicha fuente aplicará una diferencia de potencial entre los electrodos que superará el potencial de reducción negativo o lo que es lo mismo, aportará la energía necesaria para vencer la tendencia espontánea del metal a conservarse en forma iónica y conseguir su reducción.

En nuestro caso, como básicamente hemos electrodepositado muestras de CoNi y FeNi, podemos resumir tanto las reacciones como los potenciales normales de reducción ε^0 de cada uno de los elementos por separado:



f) Modos de realizar una electrodeposición

Inicialmente debemos decidir los electrodos que vamos a utilizar. Podemos trabajar con un cátodo, también se suele denominar como electrodo de trabajo, inerte o activo, es decir que no aporte iones a la solución o que si lo haga [PAU1998]. El ánodo se suele identificar como contra-electrodo.

En cuanto al modo de trabajo, podemos distinguir dos métodos generales de realizar una deposición electroquímica:

- a) Deposición en el modo galvanostático: la fuente de alimentación externa trabaja como fuente de corriente manteniéndola constante durante todo el tiempo de deposición. Éste es el modo más sencillo de deposición debido a que para su montaje solo se necesitará dos electrodos (de trabajo y contra-electrodo) y permite calcular inmediatamente la cantidad de carga depositada (calculada según la integral de la ecuación 2.5). Pero en el momento de depositar aleaciones aparece el inconveniente que según va aumentando el depósito, va variando el potencial entre los electrodos y con él, la composición del material obtenido. Por lo tanto si se están buscando depósitos homogéneos, las deposiciones deben ser de corta duración.
- b) Deposición en el modo potencioestático: la fuente actúa como fuente de voltaje manteniéndole constante durante todo el proceso. El montaje es un poco más complicado que en el caso anterior ya que aparte de los electrodos usados anteriormente, se necesita de un electrodo de referencia (típicamente de hidrógeno, de calomel, etc) con respecto al cual, podamos determinar el potencial de reducción de cada material. Para determinar la carga que ha fluido durante el proceso se debe integrar respecto al tiempo la curva obtenida de la corriente de la deposición. Este método es el adecuado para obtener depósitos de aleaciones con una composición homogénea en toda la muestra.

Entre los parámetros que influyen en la electrodeposición, presentamos solo aquellos que hemos considerado durante nuestro trabajo:

- i) La temperatura influye tanto en la velocidad de difusión de los iones del electrolito como en la difusión de los átomos ya reducidos en la superficie del sustrato.
- ii) La agitación del electrolito favorece la difusión de los iones en este e intenta mantener constantes tanto su concentración como el valor del pH en la interfase electrolito-sustrato.
- iii) El valor del pH de la solución, de modo que si es muy alto, la presencia de iones hidróxido rodeando a los iones metálicos puede dificultar la deposición, y si es muy bajo, el desprendimiento de hidrógeno puede ser considerable en el cátodo dificultando igualmente la deposición.
- iv) La composición del electrolito, que en función de las concentraciones de los reactivos variará la composición del depósito.
- v) La diferencia de potencial existente en el cátodo que determinará la especie y en que cantidad se depositarán en el sustrato.

En este trabajo, el sistema experimental usado para electrodepositar es mostrado en la figura 2.12. Nuestro potencioestato trabaja en modo galvanostático, es decir, como una fuente de corriente, donde se ha escogido como electrodo de trabajo (cátodo) la celda electrolítica inerte de Pt y como contra-electrodo (ánodo) la superficie conductora del hilo, cinta o microhilo (con sputtering de Au). Aunque el modo potencioestático resulta ideal a la hora de depositar aleaciones, el modo galvanostático resulta mucho más sencillo y se considera válido para tiempos de hasta 60 min donde la homogeneidad de la deposición es bastante alta. La celda electrolítica está compuesta de una malla cilíndrica que esta cosida a una estructura de teflón. Dicha estructura junto con el electrolito se introducen en el interior de un vicker, constituyendo la zona de la electrodeposición. La muestra a depositar se

introduce verticalmente en el interior de la celda electrolítica y del electrolito. El contacto entre la muestra y el electrodo se realiza por medio de un soporte conductor, que en nuestro caso se trata de un trozo de cartulina que lleva pegada cinta de cobre adhesiva. Para fijar la muestra a dicho soporte se usa pintura conductora de plata. Como ya hemos visto antes, es imprescindible depositar a altas temperaturas (40-60 °C) y con pequeña agitación, luego también se usa un calentador cuya temperatura esta regulado por un termómetro, y que además dispone de la opción de agitación magnética. Sobre el calentador, situamos un vicker grande lleno de agua, en cuyo interior situamos la zona de electrodeposición. El agua ayudara a que la temperatura sea lo más homogénea posible en todo el electrolito. La agitación del electrolito se produce gracias a un pequeño imán situado en el interior que gira al interaccionar magnéticamente con el agitador magnético del calentador. Por último, hay que indicar que se ha colocado un voltímetro en paralelo con el potencióstato, para controlar que la deposición sea homogénea.

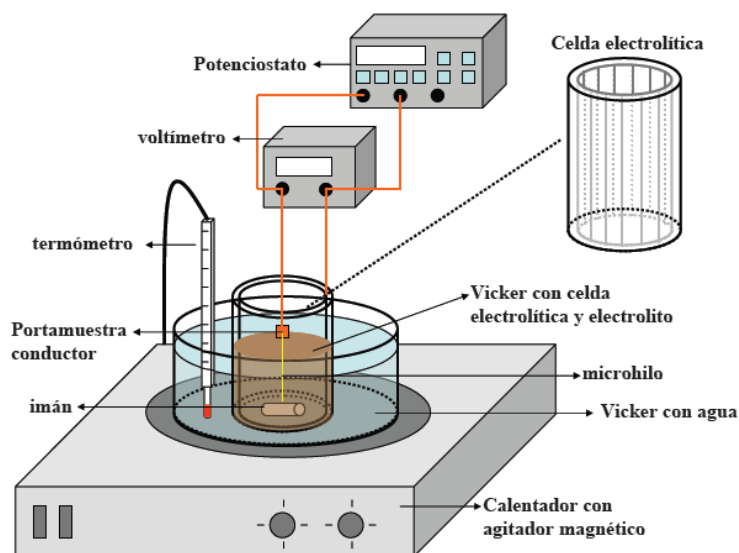


Fig. 2.12.-Esquema del sistema experimental de electrodeposición del ICMM

Solución CoNi: En la electrodeposición del CoNi se han utilizado una disolución al 50 % en volumen de los baños de Co y Ni altamente concentrados conocidos como “Bath Watts” [SCHL2000]:

- Solución de Ni: 300 g/l de $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 45 g/l de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y 45 g/l de H_3BO_3 con un pH de 4.5.
- Solución de Co: 300 g/l de $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 45 g/l de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y 45 g/l de H_3BO_3 con un pH de 4.3.

El ácido bórico ha sido comúnmente utilizado como agente amortiguador en estas soluciones al ser muy efectivo en la estabilización del valor del pH en el cátodo.

Una vez realizadas las soluciones de Co y Ni, se mezclan al 50 % en volumen. La solución de CoNi presenta un pH de 4.4 y las condiciones con las que hemos trabajado son: 35-40 °C, con agitación magnética y aplicando unas densidades de corriente constantes entre 1 y 96 mA/cm^2 para tiempos entre 1 y 60 min.

Solución FeNi (permalloy): Al igual que antes se ha partido de la solución de Ni dada en la bibliografía [SCHL2000] y se le ha añadido $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y otros compuestos que tiene como finalidad ajustar el pH. La presencia de iones Fe^{3+} en una concentración apreciable produce una disminución de la eficiencia de la deposición en el cátodo. Por lo tanto, durante el proceso se debe mantener la cantidad de estos iones en niveles bajos. En concreto la receta que hemos utilizado es: 8 g/l $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 125 g/l $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 20 g/l de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, de 40 g/l de H_3BO_3 y 6 g/l sacarina disueltos en H_2O . Esta solución presenta un pH de 2, sin embargo el pH óptimo de trabajo de esta solución es de 2.8. Luego para incrementar el pH añadimos a la solución pequeñas cantidades de 1M KOH.

Las condiciones de trabajo de la solución han sido: 55 °C, con agitación magnética y aplicando unas densidades de corriente constantes entre 1 y 96 mA/cm² para tiempos entre 1 y 60 min.

Según se va usando la solución de FeNi, el valor de su pH va disminuyendo, esto se debe a la oxidación, debido al aire, de los iones de Fe (II) seguido de la precipitación de hidróxido de hierro (III). Luego es recomendable no usar el mismo electrolito más de un par de veces.

2.2 Técnicas de caracterización

2.2.1 Caracterización magnética

La caracterización magnética de las muestras se han realizado en diferentes equipos, dependiendo el tipo de muestra (cinta, hilo y microhilo) y el estudio (ciclo de histéresis a alto campo, a bajo campo, con temperatura o perfiles de imanación) a realizar. De aquí podemos obtener los valores de parámetros magnéticos tales como; el campo coercitivo, H_c , el campo de anisotropía H_k , el campo de switching, H_{sw} , el campo bias, H_b , la imanación remanente, M_r y la imanación de saturación, M_s .

Las cintas han sido analizadas en sistemas inductivos DC y AC respectivamente, ya que su volumen magnético es lo suficientemente considerable, para poder ser detectado sin ningún problema y sin la necesidad de echar mano de sistemas con mayor sensibilidad en momento magnético como VSM y SQUID. Además estos sistemas inductivos tienen la gran ventaja de que presentan una gran sensibilidad en campo, pueden analizar muestras muy largas (del orden de 10 cm) y que para la realización de una medida solo se necesita varios minutos (1 min en el sistema AC y 10 min en el DC), en contraste con los VSM y SQUID en los que se necesita un par de horas. Los ciclos a alto campo (± 40 kA/m) y bajo campo (± 1 kA/m) han sido realizados en el sistema DC; mientras que el estudio de la distribución del campo bias (perfiles de imanación), ciclos locales a bajo a campo, ha sido realizado en un sistema AC de mayor sensibilidad.

Los hilos bicapas y microhilos multicapas han sido analizados principalmente en VSM Y SQUID, ya que los sistemas inductivos presentan ciertas limitaciones para detectar de forma precisa su señal magnética, sobre todo para muestras cortas, 6 mm, que es el rango de interés para el estudio del acoplamiento magnético en estos sistemas bifásicos. Los ciclos a alto y bajo campo y temperatura ambiente han sido medidos en un VSM. Mientras que los ciclos a bajas temperaturas se han realizado en un SQUID. Aunque ambos sistemas presentan peor sensibilidad en campo que los sistemas inductivos, tanto el SQUID como el

VSM presentan una precisión de 5 A/m , lo cual consideramos bastante aceptable. El estudio del ciclo de histéresis a campo bajo en función de la longitud ha sido realizado con el sistema de inducción AC, debido a que ambos magnetómetros presentan la limitación de la longitud por debajo de 1 cm .

2.2.1.1 Sistemas inductivos

Según la Ley de Faraday, la variación temporal del flujo magnético ϕ en un circuito da lugar a la inducción de una fuerza electromotriz, ε , proporcional a dicha variación:

$$\varepsilon = -n \frac{\partial \phi}{\partial t} \quad (2.10)$$

donde n es el número de espiras de la bobina. En este principio se basa la técnica fluxométrica para la obtención de ciclos de histéresis en campos magnéticos alternos de baja frecuencia. El dispositivo consiste de dos partes bien diferenciadas:

i) El sistema excitador primario o imanador (carretes de Helmholtz, solenoide o electroimán) encargado de aplicar el campo magnético. Para la generación de campos magnéticos bajos es más habitual el uso de bobinas de Helmholtz dada la mayor uniformidad del campo magnético creado por ellos.

ii) El sistema secundario o receptor compuesto por dos bobinas. La bobina detectora enrollada alrededor de la muestra y la bobina compensadora conectada en serie-oposición con ésta. Al aplicar un campo magnético se produce un cambio en el estado de imanación de la muestra que es detectado por el sistema secundario. La señal inducida en este sistema secundario puede ser integrada por medio de un fluxómetro (o integrador), obteniéndose así una señal proporcional a la imanación de la muestra ferromagnética. En general, la señal inducida en un bobinado de n vueltas consta de dos componentes: una debida a la variación del campo magnético H y otra debida a la variación de la imanación, M , de la muestra de sección transversal S :

$$V = -\frac{\partial \phi}{\partial t} = -nS \frac{\partial B}{\partial t} = -\mu_0 nS \frac{\partial (H + M)}{\partial t} = -\mu_0 nS \left[\frac{\partial H}{\partial t} + \frac{\partial M}{\partial t} \right] \quad (2.11)$$

El campo magnético presenta dos contribuciones: el campo producido por el excitador primario, H , y el campo producido por el factor desimanador, H_{dem} . La primera contribución se elimina mediante el uso de un segundo bobinado (bobina de compensación) de iguales características que el anterior y conectado en serie-oposición con el secundario detector y suficientemente alejado de éste como para no recoger las líneas de flujo magnético de la muestra. Por otra parte, la contribución de magnetostática en el exterior del material puede ser despreciada en el caso de que la sección del secundario se ajuste a la sección de la muestra. Sin embargo, hay que tener en cuenta que el factor desimanador produce un campo en el interior del material de sentido opuesto al de la imanación de la

muestra. Este campo puede expresarse como $-N_Z M_Z$, donde N_Z representa el factor desimanador de la muestra según la dirección axial (la más importante para hilos y cintas). Cabe destacar que cuando la razón entre el diámetro y la longitud total de la muestra tiende a cero también lo hace el factor desimanador de la muestra. Por lo tanto, el voltaje neto inducido en la bobina detectora viene dado por:

$$V = -\mu_0 n S \frac{\partial(M_Z + N_Z M_Z)}{\partial t} \quad (2.12)$$

Puesto que $N_Z \ll M_Z$, este último sumando de la parte derecha de la ecuación puede despreciarse, de modo que la imanación de la muestra puede obtenerse mediante la integración del voltaje de acuerdo a la expresión:

$$J = \mu_0 M_Z = -\frac{1}{nS} \int V dt \quad (2.13)$$

a) Trazador de ciclos DC

En la figura 2.13 se muestra el esquema del sistema de medida de ciclos DC usado en este trabajo. El sistema pertenece al Departamento de Magnetismo del Instituto de Física de Praga, ASCR¹. El sistema se compone de varias partes:

-Sistema excitador primario: Se compone de una serie de bobinas (6, 7 y 8), una fuente de voltaje (5) un amplificador de potencia (4) y un multímetro (3). Los bobinados están formado por tres sistemas: dos solenoides con diferente constante de bobina y un par de bobinas de Helmholtz. El solenoide con mayor constante de bobina (6) es ideal para la medida de ciclos a alto campo 6-60 kA/m; mientras que el otro solenoide con menor constante (7) es más útil a campos intermedios, 300 A/m-6 kA/m. Por último, el par de bobinas de Helmholtz (8) presenta mayor sensibilidad en campo que los solenoides y por lo tanto es ideal para su uso a campos bajos, ± 300 A/m. La alimentación de los diferentes bobinados se realiza mediante una amplificador de potencia (casera) de ± 50 V/10A (4) controlada por una fuente de voltaje Keithley 230 (5). Por último un multímetro Keithley (3) mide la corriente que suministra el conjunto fuente de voltaje-Amplificador a las diferentes bobinas.

-El sistema secundario o receptor esta compuesto por un par de bobinas recolectoras o pick-up conectadas en serie-oposición (9), un integrador (2) y un multímetro Keithley (1). El par de pick-up (9) conectadas en serie-oposición, tiene cada una 1500 vueltas aproximadamente y 8 mm de longitud, donde el enrollado de cada bobina fue cuidadosamente calibrado para obtener únicamente el voltaje inducido por la muestra. La sección transversal de las pick-up presenta una forma casi rectangular con unas dimensiones de 20x1 mm. El fluxómetro (2) (EF 3, Magnet-Physik, Dr. Steingroever GMBH) integra la señal recogida en las bobinas y nos proporciona un voltaje proporcional a la imanación. Por último este voltaje inducido proporcional a la imanación es medido por un multímetro Keithley (1).

¹ Academia de las Ciencias de la República Checa.

-Sistema de compensación del campo terrestre: Está compuesto por una serie de bobinados adicionales en torno al sistema primario y secundario: un par de bobinas de helmholtz (11) para compensar la componente axial del campo magnético terrestre, y dos bobinas rectangulares entrecruzadas (10) que compensan el campo terrestre en las otras dos direcciones del espacio. Estos bobinados están alimentados por una serie de fuentes de voltaje (13).

Tanto la fuente de voltaje del sistema primario (5) como el multímetro del secundario (1) poseen interfase GPIB, con lo que la recogida de datos y control del sistema está automatizado por ordenador (12) mediante lenguaje Labview.

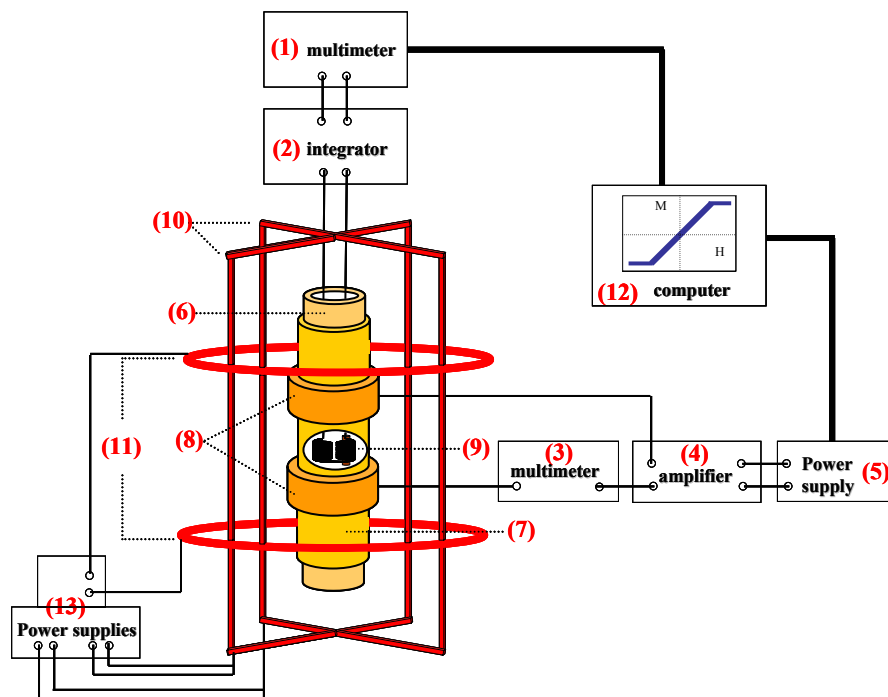


Fig. 2.13- Esquema experimental del sistema inductivo DC de medidas de ciclos.

b) Trazador de ciclos AC [KRA2006]

La figura 2.14 muestra un esquema detallado del sistema de inducción AC del Instituto de Física de Praga (ASCR).

-Sistema primario: se compone de un generador de ondas (DS340) cuya corriente sinusoidal es amplificada por un amplificador bipolar de potencia Kepco y pasa a través de un solenoide (longitud de 80 mm y un diámetro interno de 30 mm) que crea el campo magnético en la muestra. El bobinado del solenoide posee cuatro capas de 64 vueltas cada una con dos vueltas adicionales de 16 vueltas situadas en los extremos, lo cual ofrece el máximo y homogéneo campo con la mínima autoinductancia posible (apropiado para el amplificador de potencia Kepco). El solenoide puede aplicar un campo magnético sinusoidal con una máxima amplitud de 10 kA/m durante unos minutos. Una resistencia de alta potencia y baja inductancia que va conectado al canal 1 del osciloscopio proporciona una caída de potencial proporcional al campo magnético.

-Sistema secundario: formado por un par de pick-up conectadas en serie-oposición que proporcionan un voltaje inducido que es integrado por un integrador (Walker) y amplificado por un amplificador diferencial (Lecroy DA1855A) de bajo ruido para obtener una señal proporcional a la imanación. Cada pick-up tiene 1500 vueltas aproximadamente y 8 mm de longitud². El canal 2 del osciloscopio recoge la señal amplificada procedente del amplificador diferencial la cual es proporcional a la imanación.

Usamos un osciloscopio digital (Lecroy LT264) para la adquisición y procesamiento de las señales detectadas, el cual puede trabajar en el modo estandar de 2 canales o en modo X-Y para obtener el ciclo en la pantalla del osciloscopio.

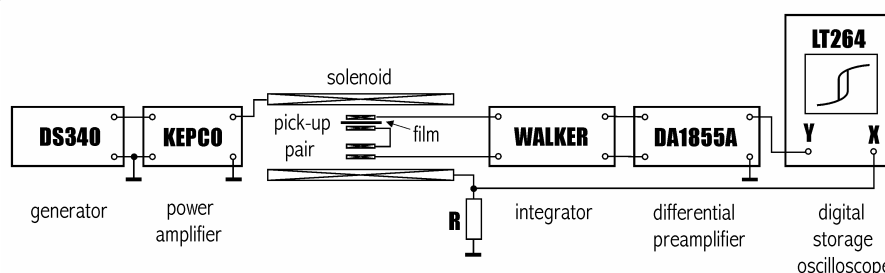


Fig. 2.14.- Esquema experimental del sistema inductivo AC de medidas de ciclos [KRA2006].

Modo de adquisición de datos (figura 2.15): En el canal 1 se muestra el voltaje sinusoidal proporcional al campo magnético (señal roja). En el caso de muestras con pequeño volumen magnético, como por ejemplo microhilos o láminas delgadas, lo que se observa principalmente en el canal 2 del osciloscopio (señal amarilla) es el ruido de 50 Hz de amplitud pico a pico de 3 mV procedente de la red. Pero en realidad, la señal integrada correspondiente a las pick up (señal rosa) es mucho menor que el ruido de 50 Hz de la red. Para eliminar este ruido se selecciona una frecuencia (f) que sea muy próxima a la frecuencia de la red (50 Hz) o a un múltiplo suyo (nf). La base de tiempos del osciloscopio se selecciona para recoger un solo ciclo. El ruido correspondiente a la red se desplaza por la pantalla con una velocidad horizontal determinada por la diferencia de frecuencia ε :

$$f = n \times 50\text{Hz} + \varepsilon; \quad n = 1, 2, \dots \quad (2.14)$$

Si la señal del canal 2 es promediado un cierto número de ciclos, el ruido de la red puede ser eliminado de modo efectivo. Nuestro osciloscopio puede hacer promedios de hasta 4000 ciclos, lo cual reduce en principio el ruido en 63 veces.

Correcciones numéricas: el circuito electrónico introduce errores en la medida que deben ser corregidos durante su análisis. Aquí se muestra el procedimiento para eliminar la deriva (drift) originado por el integrador y el acoplamiento parasito entre las bobinas secundaria y la primaria. La señal que presenta las secundarias sin muestra en su interior se ilustra en la figura 2.16. Primero para corregir la deriva (cerrar el ciclo), sustraemos una función lineal con el tiempo:

² Son las mismas bobinas detectoras que en el sistema inductivo DC.

$$m_c = m - at \quad (2.15)$$

A continuación substraemos una función lineal con el campo para corregir la compensación de la señal en fase (pendiente de la señal).

$$m_c = m - bH \quad (2.16)$$

Finalmente substraemos una adecuada función del coseno con el tiempo, para corregir la componente fuera de fase (elipse).

$$m_c = m - aH_{\max} \cos(\omega t - \varphi) \quad (2.17)$$

Estas correcciones deberán ser repetidas para los diferentes ciclos de histeresis en cada una de las muestras, seleccionando los parámetros adecuados a , b , c y φ .

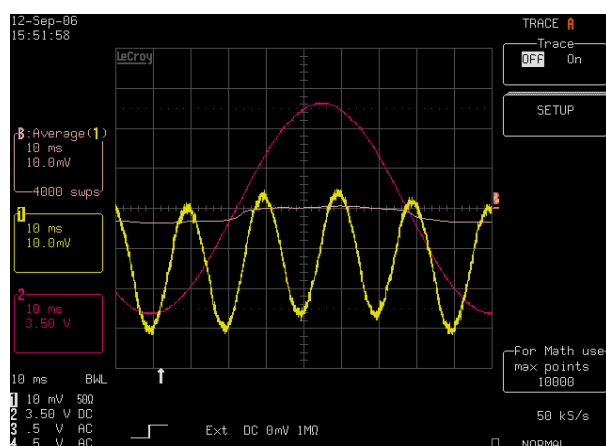


Fig. 2.15.- Imagen de la pantalla del osciloscopio que muestra la señal que se obtiene en cada canal, así como su promedio

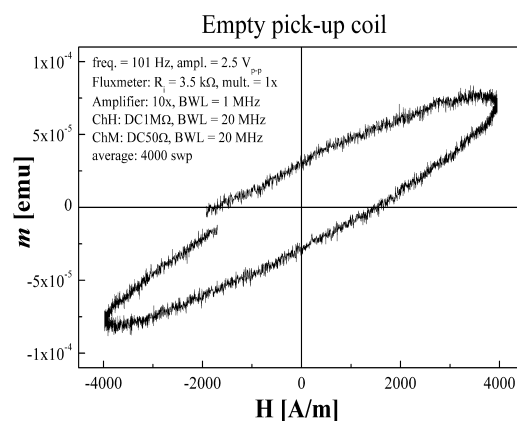


Fig.2.16- Ciclo de histeresis obtenido para las bobinas detectoras sin ninguna muestra en su interior

Además de las típicas medidas de ciclos de histéresis, se ha realizado un estudio complementario de los perfiles de imanación en varias cintas tricapas. Para ello se ha utilizado un par de pick-up locales de 2 mm de longitud y 200 vueltas cada una. Las pick-up pueden moverse a lo largo del eje de la cinta, midiendo así el ciclo de histéresis en diferentes posiciones de la muestra.

2.2.1.2 Magnetometría

a) Magnetómetro de muestra vibrante (VSM)

Las medidas de los ciclos de histéresis de los microhilos multicapas a temperatura ambiente los hemos medido en un Magnetómetro de Muestra Vibrante (VSM) del Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid.

El magnetómetro se basa también en el principio de inducción pero en este caso la variación del flujo magnético recogido se debe al movimiento de la muestra en la zona de detección mientras se aplica un campo magnético constante. Destacaremos que mediante el uso del magnetómetro obtenemos información magnética de toda la muestra, mientras que mediante el método fluxométrico se obtiene información local.

La muestra se sitúa en el extremo de una varilla conectada a un oscilador mecánico, que le hace vibrar en la dirección perpendicular a la del campo magnético aplicado, de tal modo que su movimiento provoca una variación de flujo en la zona de detección donde se encuentran unas bobinas captadoras, originando una fuerza electromotriz, según la ley de Faraday, que será proporcional a la señal magnética de la muestra. La señal inducida en las bobinas es analizada utilizando un amplificador lock-in, que tiene una doble función: por una parte mide la amplitud de la señal, que será proporcional a la imanación de la muestra, y por otra retroalimenta el sistema de oscilación corrigiendo la amplitud y la frecuencia de vibración de tal forma que la señal siempre sea la misma.

El magnetómetro utilizado es el modelo 155 y marca EG&G Princeton Applied Research y permite medir momentos magnéticos a partir de 10^{-5} - 10^{-6} emu. El sistema se completa con:

- Un electroimán de la marca Varian modelo V3400.
- Una fuente de alimentación para el electroimán de la marca Bouhnik. Es una fuente bipolar con 168 A y 42 V.
- Una sonda Hall modelo 475 de la casa Lakeshore para determinar el valor del campo magnético aplicado.
- Un multímetro modelo 45 de la compañía Fluke para recoger los valores de la señal magnética de la muestra medidos por el magnetómetro.
- Un ordenador proporciona el control automático y la recogida de datos mediante lenguaje Labview e interfase GPIB.

Más información sobre el funcionamiento del VSM puede ser encontrado en [CULL1972].

b) SQUID-MPMS

Para el estudio del comportamiento magnético de los microhilos multicapas a diferentes temperaturas se han medido los ciclos de histéresis en un rango desde 4 a 400 K

en un SQUID. El equipo se encuentra en el Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid bajo la supervisión de la Prof. M^a del Mar García Hernández.

El magnetómetro tipo SQUID es del modelo 5S de la compañía Quantum Design MPMS ("Magnetic Property Measurement System"). El MPMS es un instrumento analítico configurado específicamente para el estudio de la magnetización y susceptibilidad de pequeñas muestras sobre un amplio rango de temperaturas (de 1.7 a 400 K habitualmente) y campos magnéticos (de 5 a -5 T, usualmente).

El dispositivo SQUID presenta un anillo superconductor cerrado, con una o dos uniones Josephson y a lo largo de cuyo recorrido circula una corriente eléctrica. La unión Josephson se trata de un sistema que funciona según el efecto túnel propuesto en 1962 por B.D. Josephson, el cual es sensible a cambios de estado en el transcurso de unos pocos picosegundos y por lo cual es apto para la observación directa de efectos electrodinámicos cuánticos. En su caso esta unión sirve como patrón primario de calibración de un voltaje, cuyo origen se hallaría en la cuantización del flujo magnético en el interior del anillo superconductor. En consecuencia, es posible evaluar variaciones de campo magnético tan pequeñas como de 10^{-15} T sobre valores absolutos de campo magnético de hasta 7 T. El sistema se compone de:

- Un contenedor o "dewar" de helio líquido (56 l de capacidad).
- Una sonda criogénica integrada por un imán superconductor de 5.5 T con un sistema de detección SQUID y por un sistema de control de temperatura de alto rendimiento para las medidas sobre un rango de temperaturas entre 1.7 y 400 K.
- Sobre el módulo de control de temperatura se halla ubicado el mecanismo de soporte de la muestra al cual es posible acoplar tres tipos diferentes de varillas rígidas de montaje de muestras.
- La consola de control electrónico esta constituida por un Controlador MPMS Modelo 1822 y un Puente R/G Modelo 1802.
- Además incorpora un sistema de control de gas helio, una bomba de vacío, una fuente de corriente eléctrica para el imán superconductor y un marcapasos controlador del transporte de la muestra.
- Un ordenador proporciona el control automático y la recogida de datos con la ayuda de una base programática denominada MultiVu MPMS.

Mas información sobre las características y funcionamiento de este tipo de SQUID puede ser encontrado en [QDUSA]

2.2.2 Altas frecuencias: GMI&FMR [GAR1999A,BRI2000B, COS2006]

El análisis de la magnetoimpedancia (MI) se puede realizar mediante diferentes técnicas dependiendo del rango de frecuencias y características de la muestra:

-A bajas frecuencias (hasta 10 MHz) el método de las 4 puntas es la técnica más usada. Se basa en la medida de la caída de tensión eléctrica AC que aparece en los extremos de la muestra cuando por ella circula una corriente de amplitud y frecuencia conocidas y simultáneamente se aplica externamente un campo magnético DC. En condiciones óhmicas, esta señal es proporcional al producto de la corriente por la impedancia de la muestra. Un método alternativo y similar a este es el uso de puentes de impedancia (LCR-meter), con la

ventaja de que el equipamiento se reduce de forma considerable. Así, el puente de impedancias aplica la corriente AC en la muestra a la misma vez que mide su impedancia de forma directa, haciendo la función del generador de ondas y del osciloscopio a la misma vez. Este tipo de sistema lo hemos usado para el análisis del sensor multifuncional, cuyos resultados serán expuestos posteriormente en el capítulo 6.

-A frecuencias intermedias y altas, la contribución de cables, conectores o portamuestra es tan apreciable que para un correcto análisis de la impedancia es necesaria la utilización de otro tipo de tecnología. Para la medida de la impedancia en el rango de las microondas existen diversos métodos: Análisis en espacio libre [GHO1990], en guía de onda [LEN1996], en líneas de transmisión microstrip [QUE1994] y coaxial [ACH1994,GAR2000,GAR2001] y en cavidad resonante [MED1996].

La medida en espacio libre requiere de una cámara anecoica (o en su defecto, de medida en espacio libre con lo que todo ello conlleva). Presenta, asimismo, la dificultad en la preparación de las muestras, ya que debe poseer unas dimensiones relativamente grandes, requiriéndose gran cantidad de ellos para la preparación de una superficie mínima para la medida. Al mismo tiempo presenta la complejidad en la distinción entre potencia absorbida y dispersada por la muestra.

La medida en guía de onda presenta el inconveniente del ancho de banda, así como el inconveniente de la colocación de una muestra homogénea en su interior.

Las medidas en cavidad resonante han sido históricamente las más utilizadas. No obstante, presentan el inconveniente de ser únicamente útiles para una frecuencia.

De todas ellas, las más adecuadas para el análisis de GMI y FMR en nuestros microhilos multicapas, es la medida en línea de transmisión microstrip [VIE2001,COS2004], y sobre todo en línea coaxial [CIU1996,MEN1997] por la consonancia con la geometría cilíndrica. Ello es debido al compromiso entre dimensiones de la muestra, ancho de banda y sencillez en el proceso de medida. Esta técnica se basa en la medida de los parámetros de dispersión utilizando un analizador de redes vectorial. La célula de medida consiste en una línea coaxial o microstrip cortocircuitada y modelada de forma que tenga una impedancia característica conocida en la que se sustituye parte del conductor interno por la muestra magnética. Así la onda transversal se propaga por la línea de transmisión en modo TEM ó cuasi TEM (líneas microstrip) con las componentes eléctrica y magnética perpendiculares a la dirección de propagación (ver apéndice A.I). La distorsión provocada por la muestra puede ser medida a través de la señal reflejada mediante el analizador de espectros para cada frecuencia y campo.

a) Líneas de transmisión

En el rango de altas frecuencias la propagación de ondas electromagnéticas se realiza mediante el uso de líneas de transmisión existiendo diferentes tipos: coaxiales, bifilares, planares, microstrip, guías de onda, etc. En este trabajo hemos usado las líneas de transmisión coaxial y microstrip, y la impedancia ha sido medida en reflexión, es decir, usando un puerto y analizando el coeficiente de reflexión S_{11} .

Estas líneas están caracterizadas por dos parámetros:

Impedancia característica (Z_C): Es la impedancia que presentará la línea si fuese infinita. Su valor es totalmente independiente de la longitud de la línea (l) y está determinado por los materiales que la componen y por la geometría de su sección

transversal. En un tramo de línea de transmisión la relación entre la impedancia asociada Z y el coeficiente de reflexión S_{11} viene dado por la ecuación (2.18):

$$Z = Z_c \frac{1 + S_{11}}{1 - S_{11}} \quad (2.18)$$

Generalmente, los analizadores de redes están diseñados para trabajar con líneas de transmisión con una $Z_c = 50 \Omega$.

Constante de propagación (γ): Es un parámetro complejo que determina las variaciones que experimenta una señal cuando se propaga por una línea de transmisión:

$$\gamma = \alpha + i\beta \quad (2.19)$$

donde α es la constante de absorción y $\beta = 2\pi/\lambda$ es la constante de fase que viene determinada por la longitud de onda λ . Tanto α como β aumentan con la frecuencia lo que supone un aumento de la absorción y del desfase en la línea.

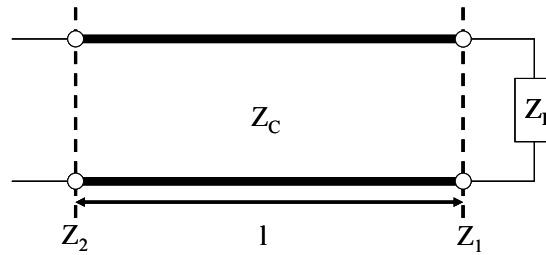


Fig. 2.17.- Esquema de una línea de transmisión cargada con una impedancia Z_L , medida en dos puntos separados una distancia l .

Supongamos un tramo de línea de transmisión como la de la figura 2.17, la cual termina en una impedancia de carga Z_L . La relación entre el coeficiente de reflexión en los planos 1 y 2 viene dado por:

$$S_{11}^{(2)} = S_{11}^{(1)} e^{-2\gamma l} \quad (2.20)$$

Combinando las ecuaciones (2.18) y (2.19) obtenemos:

$$Z_2 = Z_c \frac{Z_L + Z_c \tanh \gamma l}{Z_c + Z_L \tanh \gamma l} \quad (2.21)$$

En los casos particulares en que la línea de carga termine en cortocircuito o en circuito abierto, la ecuación (2.21) se transforma en $Z_2 = Z_c \tanh \gamma l$ y $Z_2 = Z_c / \tanh \gamma l$, respectivamente.

b) Impedancia intrínseca (Z_{int})

La extracción de la impedancia intrínseca a partir de la impedancia experimental obtenida en el plano de medida (Z_{exp}) esta basado en el trabajo de Menard [MEN1997]. Este modelo estaba basado en líneas coaxiales aunque se puede extender a líneas microstrip teniendo en cuenta la geometría. Partimos del modelo equivalente de línea de transmisión, asociando los parámetros de dicho modelo a cada elemento de la línea de transmisión, figura 2.18. El modelo eléctrico consta de: R (Resistencia de los conductores por unidad de longitud), L (autoinductancia de los conductores por unidad de longitud), G (conductancia del dieléctrico por unidad de longitud) y C (Capacidad entre los conductores por unidad de longitud). Acorde con la figura 2.18, podemos definir la impedancia característica:

$$Z_c = \sqrt{\frac{R + i\omega L}{G + i\omega C}} = \frac{R + i\omega L}{\gamma} \quad (2.22)$$

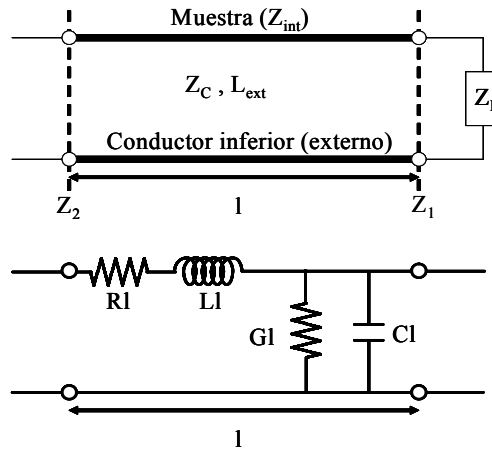


Fig. 2.18.- Esquema de la línea de transmisión formada por la muestra, el conductor inferior (o externo) y el dieléctrico de la línea microstrip (coaxial) junto con su circuito equivalente.

En una línea de transmisión convencional, se suelen asumir que las pérdidas son despreciables ($R=G=0$). Sin embargo en el conjunto formado por la muestra, los conductores y el dieléctrico de la línea las pérdidas son significativas, y la R del modelo se puede atribuir entéramente a la muestra, ya que la disipación en los conductores es prácticamente nula. Las pérdidas en el dieléctrico (generalmente aire o fibra de vidrio) son las de cualquier línea de transmisión, con lo cual es coherente asumir $G \sim 0$. Por otro lado la L consta de dos partes, $L = L_{int} + L_{ext}$. L_{int} es debida a la autoinductancia de la muestra, mientras que L_{ext} corresponde a la autoinductancia externa relacionada con el flujo del campo alterno que atraviesa el circuito. Solamente L_{int} contribuye a la GMI y a la FMR, variando con el campo magnético externo. Por lo tanto según el modelo equivalente de la figura 2.18, podemos definir la impedancia intrínseca como:

$$Z_{int} = (R + i\omega L_{int})l = (Z_c \gamma - i\omega L_{ext})l \quad (2.23)$$

Por lo tanto, el problema se reduce al cálculo de tres parámetros: Z_C , γ y L_{ext} . La relación entre los dos primeros términos se obtiene por un lado de la ecuación (2.21), y por otro lado a partir de la ecuación (2.22) despreciando las pérdidas en el dieléctrico:

$$Z_C = \sqrt{\frac{R + i\omega L}{G + i\omega C}} = -i \frac{\gamma}{\omega C} \quad (2.24)$$

donde C depende de la geometría y dimensiones de la línea de transmisión, así como de la permitividad del dieléctrico, siendo fácilmente calculable. Detalles del cálculo para una línea coaxial [BRI2000B] y microstrip [POZ1990] se muestran en el apéndice A.I.

Una vez hallado Z_C y γ , el valor de L_{ext} se puede deducir a partir de la expresión para la velocidad de propagación [FEY1964]:

$$L_{ext} = \frac{\mu_0 \epsilon_0 \epsilon_{eff}}{C} \quad (2.25)$$

donde ϵ_0 y ϵ_{eff} son la permitividad del vacío y efectiva del dieléctrico, respectivamente. La permitividad efectiva en el caso de nuestra línea de transmisión coaxial es la del aire, mientras que en la línea microstrip cumple $1 < \epsilon_{eff} < \epsilon_r$, siendo ϵ_r la permitividad de la fibra de vidrio del PCB (Print circuit Board), apéndice A.I

c) Sistema experimental

El análisis de la magnetoimpedancia gigante en el rango de frecuencia entre 1 MHz-500 MHz para los microhilos multicapas CoFe/CoNi y Fe/CoNi se ha realizado en la Universidad de Plymouth, mediante un analizador de redes modelo HP-8753E y una línea microstrip (MSL). Detalles de la MSL se pueden observar en la figura 2.19: está fabricada a partir de una placa de PCB (Print circuit Board: conductores de Cu y dieléctrico de fibra de vidrio), de tal modo que se ha ajustado la anchura del conductor superior acorde con el espesor y permitividad relativa del dieléctrico para obtener una impedancia igual a 50 Ω [GUP1996] que es la impedancia característica con la que trabaja el analizador de redes. Un tramo del conductor superior es sustituido por el microhilo multicapa, con un extremo conectado al conductor interno de la MSL y el otro extremo esta cortocircuitado con el conductor externo. La conexión entre el cable que va conectado al analizador de redes y la MSL se realiza a través de un conector SMA de base cuadrada. La aplicación de campo magnético externo se ha realizado mediante un generador de ondas Agilent 33120A, un preamplificador de potencia DC TTI EX354D de 280 W y un solenoide de 25.5 cm de largo que puede aplicar campos máximos de hasta 4 kA/m. El sistema se encuentra automatizado por ordenador a través de interfase VEE.

Las medidas de FMR hasta 15 GHz a campo magnético constante para las mismas familias de microhilos multicapas (CoFe/CoNi y Fe/CoNi) se han realizado en el Instituto de Ciencias Materiales de Madrid usando el analizador de redes modelo E8362B PNA y una línea de transmisión coaxial (TCL), figura 2.20, el cual es más adecuado para el análisis de la impedancia en un rango de frecuencia más alto. Al igual que antes la TCL ha sido diseñada para obtener una impedancia característica de 50 Ω , acorde con las dimensiones del conductor externo y permitividad del dieléctrico (aire). El microhilo multicapa es insertado en el conductor interno de la TCL, con un extremo conectado al

conductor interno del conector SMA y el otro extremo en cortocircuito con el conductor externo de la TCL (latón). Para la aplicación de campo magnético se ha usado una fuente bipolar kepcos de 400 W y un solenoide que puede aplicar campos hasta 50 kA/m durante un tiempo máximo de un minuto.

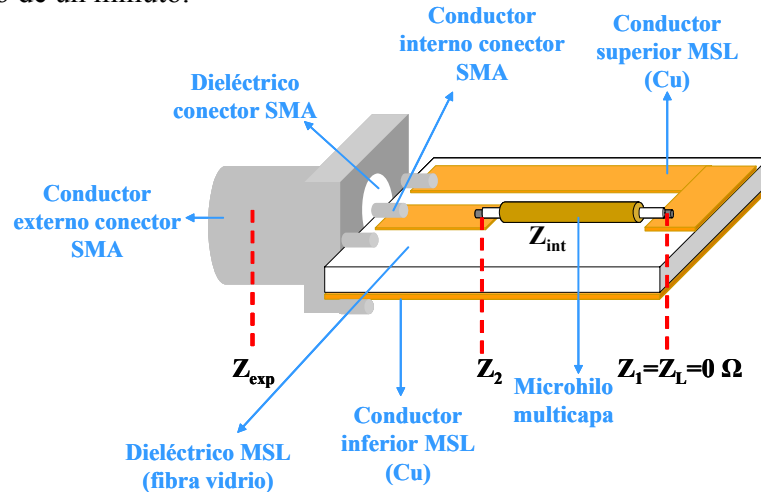


Fig. 2.19.- Línea microstrip (MSL) usada para la medida de GMI en microhilos multicapas

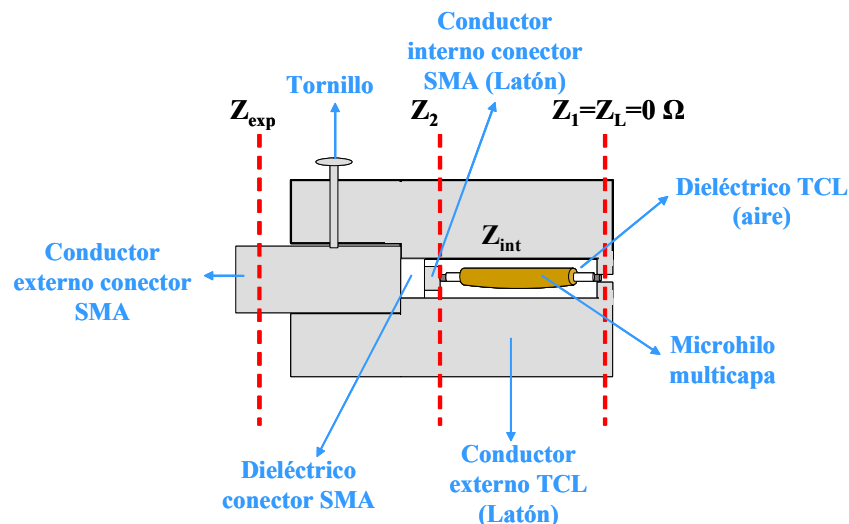


Fig. 2.20.- Línea de transmisión coaxial (TCL) usada para la medida de FMR en microhilos multicapas

Ambos sistemas (GMI y FMR) usan cables coaxiales, conectores y adaptadores del tipo SMA, ideales para las medidas a altas frecuencias, hasta 20 GHz como máximo.

En principio uno podría pensar en medir la GMI y FMR para diferentes configuraciones de contacto eléctrico (núcleo-núcleo, capa externa-capas externa y núcleo-capas externa), sin embargo desde el punto de vista tecnológico, el estudio más interesante es el que hace pasar la corriente AC de alta frecuencia únicamente por el núcleo de CoFe o Fe, es decir, la medida de la impedancia de la fase blanda. Para ello, en los extremos no depositamos ni Au ni CoNi y removemos unas décimas de mm de vidrio con la ayuda de un “cutter”, haciendo el contacto en el núcleo con la ayuda de una pintura conductora de Ag. En este trabajo, Los microhilos multicapas analizados a altas frecuencias presentan una longitud de fase blanda y dura de 6 mm y 5 mm, respectivamente. Por lo tanto el estudio a

altas frecuencias de los microhilos multicapas va a consistir en el análisis de la impedancia del núcleo en función del campo externo H_{DC} y de la frecuencia, y la influencia de las dimensiones y estado magnético de la fase dura.

Por último hay que reseñar que el plano de medida experimental para las líneas de transmisión descritas en la figuras 2.20 y 2.21 se encuentra en Z_{exp} , pudiéndose calcular Z_2 teniendo en cuenta las ecuaciones (2.20) y (2.21):

$$S_{11}^{(exp)} = S_{11}^{(2)} e^{-2\gamma l} \quad (2.26)$$

d) Calibración del analizador de redes

Para obtener una correcta medida a altas frecuencias es necesario previamente calibrar el analizador de redes, lo cual significa eliminar lo máximo posible todas las contribuciones a la impedancia que no provengan de la muestra. La calibración de cables y adaptadores es relativamente sencilla y se realiza mediante la técnica de calibración SOLT, que se basa en la conexión de una serie de cargas de impedancias (conocidas como kit de calibración y se compone de tres conectores: Open, Short y bandbroad Load) en el extremo opuesto del cable que va conectado al analizador. Éste presenta un software que sirve de guía durante dicho proceso de calibración. La importancia de esta calibración reside el traslado del plano de medida desde el puerto del analizador hasta el conector SMA de la línea de transmisión (Z_{exp} en las figuras 2.19 y 2.20). Las figuras 2.21 muestran la carta de Smith de un cable y adaptador SMA antes y después de ser calibrado con la técnica SOLT: todas las líneas que presentaba la carta de Smith ha sido reducido a un solo punto, que se encuentra en $Z = 50 \Omega$, que es la impedancia característica con la que trabaja el analizador.

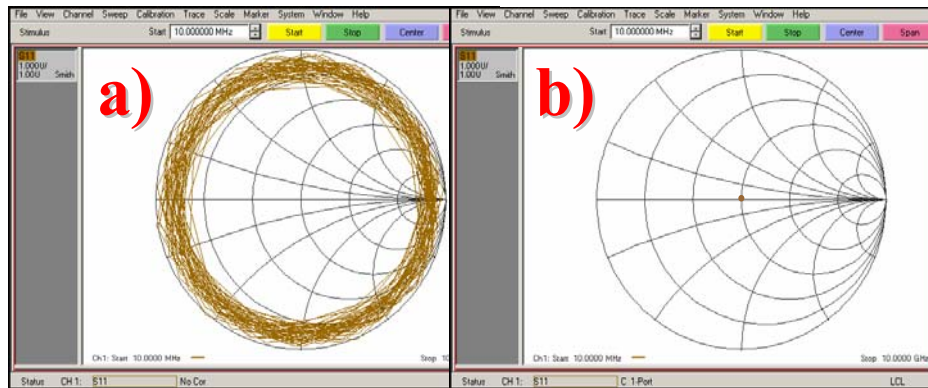


Fig. 2.21.- Cartas de Smith correspondientes a los cables y adaptadores SMA (a) antes y (b) después de ser calibrados mediante los conectores de precisión.

Una vez terminada la calibración de los cables y adaptadores, podemos eliminar los efectos propagativos de la línea y obtener Z_2 a partir de Z_{exp} . Una solución evidente consistiría en tratar de determinar γ por simulaciones, fórmulas o tablas experimentales, lo cual resulta en un procedimiento complicado [AGI2004]. Existe una solución más sencilla teniendo en cuenta la ecuación (2.26), que consiste en tener en cuenta que si la impedancia de carga es infinita (circuito abierto sin muestra), el coeficiente de reflexión $S_{11}^{(2)} = 1$ y la

onda se refleja totalmente con la misma amplitud y fase. En este caso $S_{11}^{(exp)} = \ell^{-2\gamma l}$, por lo que se puede medir la constante de propagación. El software del analizador de redes tiene una opción de “Electrical delay” en su software que corrige en el formato de carta de Smith este efecto propagativo. Así en la figura 2.22a vemos que la Carta de Smith presenta una curva que se encuentra desplazada respecto al valor de la impedancia que debería presentar, ∞ . El desplazamiento de toda la curva hasta $Z = \infty$ se obtiene para un valor de desfase eléctrico de 140 ps en el caso de nuestra TCL. De igual modo se puede realizar este procedimiento cortocircuitando la TCL sin muestra, figura 2.22b, obteniéndose el mismo valor de desfase eléctrico.

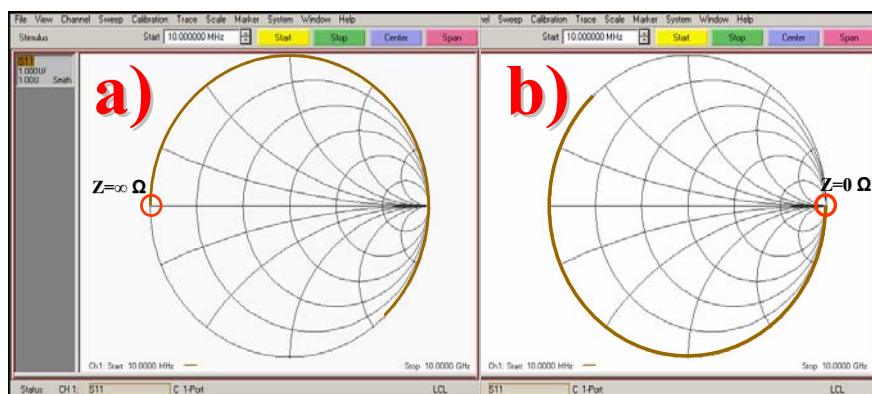


Fig. 2.22.- Cartas de Smith correspondientes al portamuestras en (a) circuito abierto y (b) cortocircuitado, sin la corrección del desfase eléctrico y con los cables y adaptadores calibrados.

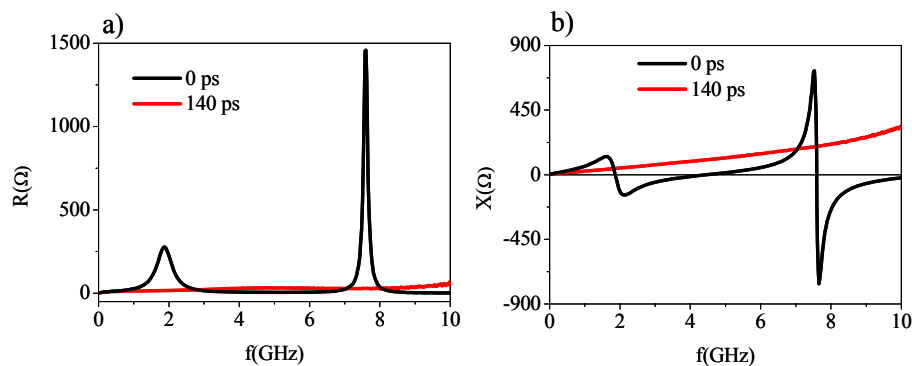


Fig. 2.23.- (a) Parte real e (b) imaginaria de Z_{exp} para un hilo amorfo de CoFeSiB ($\lambda_s \sim 0$) con y sin corrección de desfase eléctrico.

El efecto de la corrección del desfase eléctrico en el espectro de impedancias puede ser observada en la figuras 2.23. Se observa una medida de la parte real (R) e imaginaria (X) de la impedancia en función de la frecuencia para un hilo amorfo (AW) de CoFeSiB (120 μm de diámetro) con (140 ps) y sin corrección (0 ps) del desfase eléctrico a campo magnético nulo. Se observa como la medida correspondiente a 0 ps, presenta dos resonancias (máximos en R y puntos de inflexión en X) entorno a 1.8 y 7.5 GHz, respectivamente. Mientras que la medida a 140 ps no presenta ninguna resonancia. Teóricamente, a campo nulo no debería aparecer ningún tipo de resonancia ferromagnética y la impedancia prácticamente debería ser constante. Luego parece claro que las resonancias presentes a 0 ps para nada son de origen ferromagnético y son introducidas por

los efectos propagativos de la onda electromagnética en la TCL. De hecho, para menor duda, dicho máximo y punto de inflexión no varían con el campo magnético aplicado. Por otro lado, de la medida a 140 μs , se puede interpretar que la resistencia experimenta un ligero crecimiento con la frecuencia respecto a la R_{DC} de la muestra, mientras que la reactancia aumenta casi linealmente y cuyo comportamiento está gobernado principalmente por la autoinductancia externa.

En el caso de medidas a frecuencias menores de 500 MHz , como en el caso medida de GMI con la línea microstrip, la corrección del desfase eléctrico prácticamente no tiene influencia en el análisis de la impedancia.

Por último, para obtener la impedancia intrínseca no habría más que aplicar el mismo procedimiento teórico seguido en el apartado 2.2.2b.

Capítulo 3

Caracterización estructural

En esta sección se presenta un detallado estudio de las propiedades morfológicas de los diferentes sistemas bifásicos estudiados en este trabajo y que han sido preparadas en nuestro laboratorio según las técnicas descritas en el apartado 2.1, figura 3.1:

-Cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi: núcleo de $\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Cr}_7\text{Si}_8\text{B}_{14}$ (espesor, $t_{\text{CoFe}} = 20 \mu\text{m}$; anchura, $w_{\text{CoFe}} = 1.2 \text{ mm}$) y capas externas de $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}$ ($t_{\text{CoNi}} = 0-24 \mu\text{m}$).

-Hilo bicapa CoFe/CoNi: núcleo de $(\text{Co}_{0.96}\text{Fe}_{0.04})_{72.5}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ ($\Phi_{\text{CoFe}} = 120 \mu\text{m}$) y capa externa de $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}$ ($t_{\text{CoNi}} = 0-20 \mu\text{m}$).

-Microhilo multicapa CoFe/CoNi: núcleo de $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.84}\text{Ni}_{1.44}\text{Si}_{14.47}\text{B}_{11.58}\text{Mo}_{1.66}$ (diámetro, $\Phi_{\text{CoFe}} = 17 \mu\text{m}$) capas intermedias de vidrio (espesor, $t_g = 12 \mu\text{m}$) y Au ($t_{\text{Au}} = 30 \text{ nm}$) y capa externa de $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}$ ($t_{\text{CoNi}} = 0-20 \mu\text{m}$).

-Microhilo multicapa Fe/CoNi: núcleo de $\text{Fe}_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$ ($\Phi_{\text{Fe}} = 12 \mu\text{m}$), capas intermedias de vidrio ($t_g = 9 \mu\text{m}$) y Au ($t_{\text{Au}} = 30 \text{ nm}$) y capa externa de CoNi ($t_{\text{CoNi}} = 0-20 \mu\text{m}$).

-Microhilo multicapa FePt/FeNi: núcleo de $\text{Fe}_{63}\text{Pt}_{27}\text{Si}_{10}$ ($\Phi_{\text{FePt}} = 40 \mu\text{m}$), capas intermedias de vidrio ($t_g = 10 \mu\text{m}$) y Au ($t_{\text{Au}} = 30 \text{ nm}$) y capa externa de $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ ($t_{\text{FeNi}} = 0-20 \mu\text{m}$).

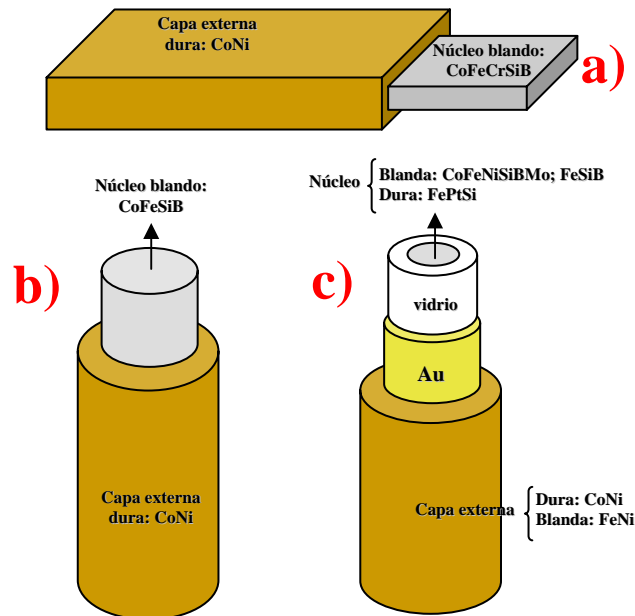


Fig. 3.1.-Esquema de los diferentes sistemas bifásicos estudiados en esta tesis: a) cinta tricapa (núcleo blando/capas externas duras), b) hilo bicapa (núcleo blando/capa externa dura) y c) Microhilos multicapas (núcleo blando/capa externa dura y viceversa).

Primero se ha realizado un estudio por SEM-EDX (Microscopio electrónico de barrido - Espectroscopia de Dispersión de Energía) de las dimensiones de las diferentes capas de cada sistema así como su respectivo microanálisis superficial. Para el estudio más exhaustivo y completo de la composición y espesor de las capas externas en función de los parámetros de electrodeposición se ha usado la técnica de Fluorescencia de RX y un microscopio óptico, respectivamente. El microscopio óptico presenta una resolución ideal (menor de $0.5\ \mu\text{m}$) para este tipo de materiales micrométricos. Por otro lado la técnica de fluorescencia de RX da información de la composición en todo el volumen, en lugar del SEM-EDX cuyo análisis únicamente corresponde a una pequeña región de la zona superficial. Por último se ha analizado la estructura cristalina de las capas magnéticas mediante la técnica de Difracción de RX. Las medidas por SEM-EDX, fluorescencia y difracción de RX se han realizado en el Servicio interdepartamental. Interdepartamental de Investigación de la Universidad Autónoma de Madrid. Información sobre el modelo y características del equipo pueden encontrarse en [SIDI].

3.1 Micrografías y microanálisis superficial

Las figuras 3.2-3.11 muestran las micrografías y el análisis químico superficial de los diferentes materiales bifásicos estudiados en esta tesis. La composición atómica de cada una de las capas de los 5 sistemas bifásicos está resumida en las tablas 3.1-3.5. Hemos marcado las diferentes capas con números en color rojo, empezando desde el **1** que corresponde al núcleo hasta el número más alto que denota a la capa externa, **4** en el caso microhilos múlticapas y **2** en hilos bicapas y cintas tricapas.

Si se quiere estimar la fórmula estequiométrica de cada capa hay que tener en cuenta una serie de aspectos: i) La técnica SEM-EDX no puede detectar elementos ligeros como el B. ii) La presencia de elementos como K, S, Na, O y Al son debidas a impurezas que proceden del baño electrolítico usado durante la electrodeposición. iii) Por último hay que reseñar, que debido al espesor nanométrico de la capa de Au, en su análisis químico también se detecta la capa inferior de vidrio (SiO_2).

a) Cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi

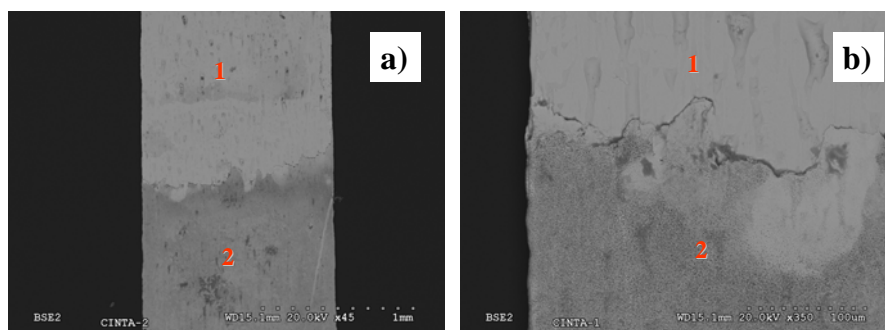


Fig. 3.2.- Imágenes tomadas con SEM-EDX de la cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi a diferentes resoluciones: núcleo CoFeCrSiB (1) y capas externas de CoNi (2)

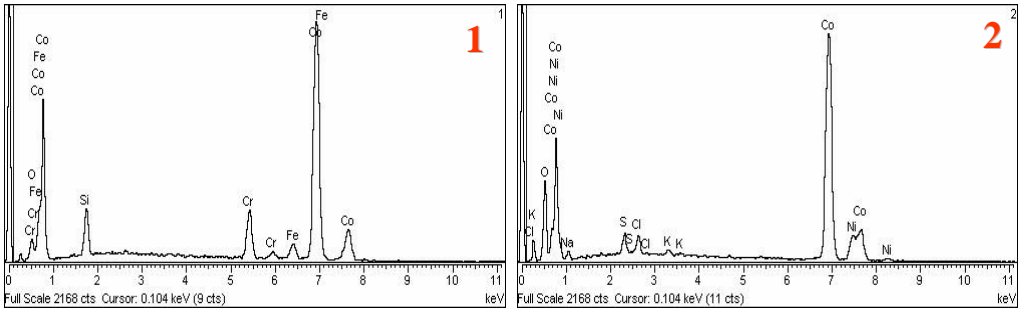


Fig. 3.3.-Microanálisis superficial de las diferentes capas de la cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi: núcleo CoFeCrSiB (1) y capa externa de CoNi (2).

| espectro | O | Na | Si | S | Cl | K | Cr | Fe | Co | Ni |
|----------|-------|------|------|------|------|------|------|------|-------|------|
| 1 | 9.25 | | 8.84 | | | | 8.17 | 3.61 | 70.12 | |
| 2 | 33.49 | 3.87 | | 2.28 | 1.89 | 0.57 | | | 51.58 | 6.31 |

Tabla 3.1.- Composición superficial en porcentaje atómico de las diferentes capas de la cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi.

b) Hilo bicapa CoFe/CoNi

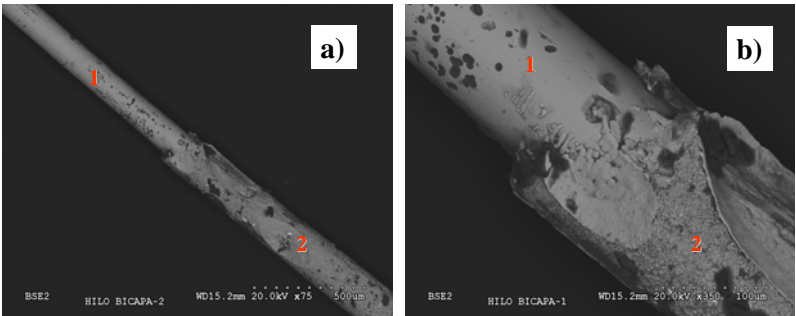


Fig. 3.4.-Imágenes tomadas con SEM-EDX del hilo bicapa CoFe/CoNi a diferentes resoluciones: núcleo CoFeSiB (1) y capa externa de CoNi (2)

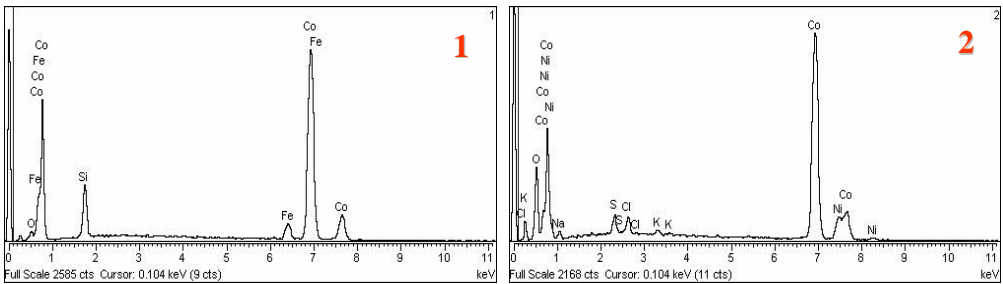


Fig. 3.5.-Microanálisis superficial de las diferentes capas del hilo bicapa de CoFe/CoNi: núcleo CoFeSiB (1) y capa externa de CoNi (2).

| espectro | O | Na | Si | S | Cl | K | Fe | Co | Ni |
|----------|-------|------|-------|------|------|------|-------|-------|------|
| 1 | 5.13 | | 13.07 | | | | 6.083 | 76.46 | |
| 2 | 33.49 | 3.87 | | 2.28 | 1.89 | 0.57 | | 51.58 | 6.31 |

Tabla 3.2.- Composición superficial en porcentaje atómico de las diferentes capas del hilo bicapa CoFe/CoNi.

c) Microhilo multicapa CoFe/CoNi

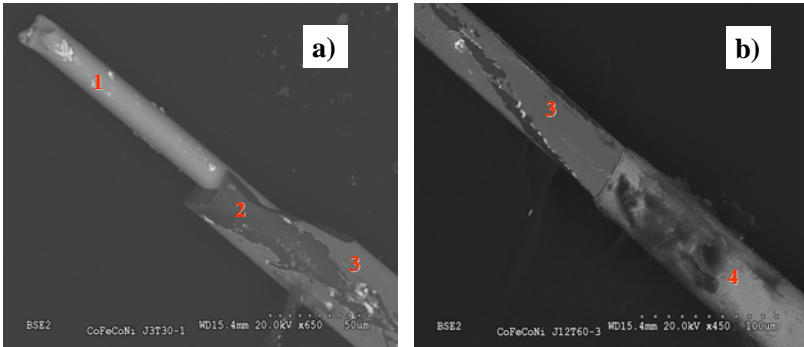


Fig. 3.6.-Imágenes tomadas con SEM-EDX del microhilo multicapa CoFe/CoNi: a) núcleo CoFeNiSiBMo (1), vidrio (2) y Au (3); b) Au (3) y capa externa de CoNi (4) [TORR2009A].

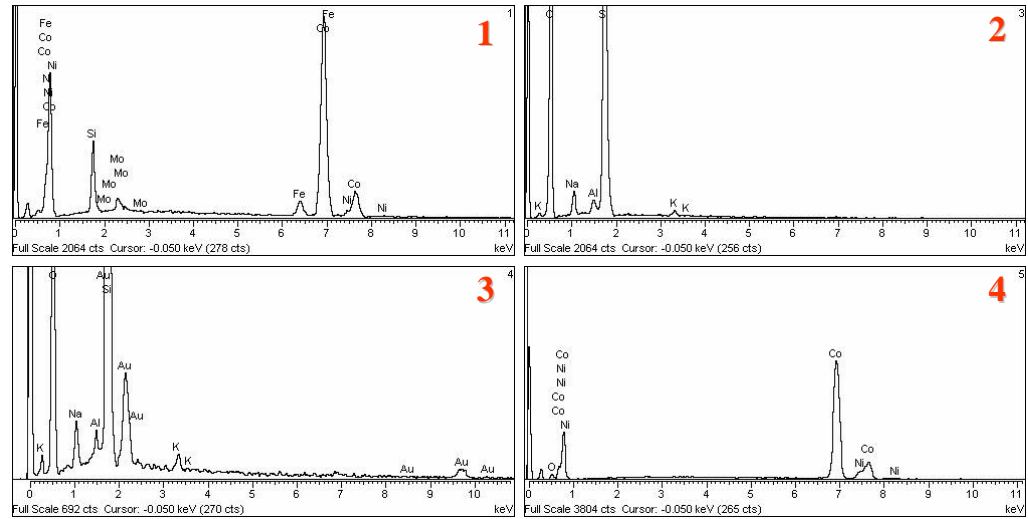


Fig. 3.7.-Microanálisis superficial de las diferentes capas del microhilo multicapa CoFe/CoNi: núcleo CoFeNiSiBMo (1), vidrio (2), Au (3) y capa externa de CoNi (4).

| espectro | O | Na | Al | Si | K | Fe | Co | Ni | Mo | Au |
|----------|-------|------|------|-------|------|------|-------|------|------|------|
| 1 | | | | 16.65 | | 4.32 | 75.34 | 1.86 | 1.84 | |
| 2 | 73.18 | 2.13 | 0.50 | 23.90 | 0.29 | | | | | |
| 3 | 41.28 | 1.11 | 0.77 | 51.52 | 0.80 | | | | | 4.52 |
| 4 | 6.22 | | | | | | 88.58 | 5.21 | | |

Tabla 3.3.- Composición superficial en porcentaje atómico de las diferentes capas del microhilo multicapa CoFe/CoNi

d) Microhilo multicapa Fe/CoNi

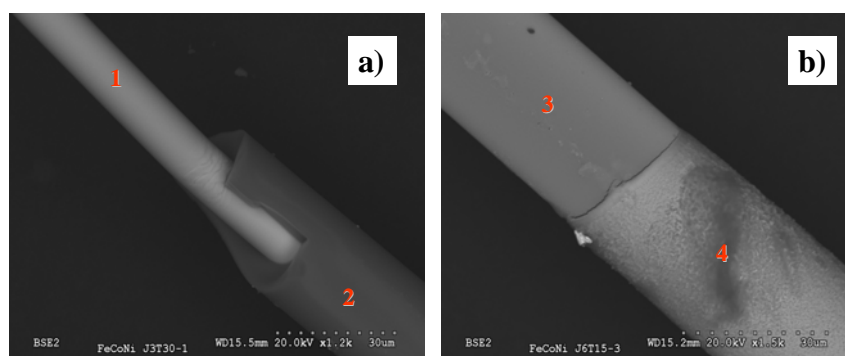


Fig. 3.8.-Imágenes tomadas con SEM-EDX del microhilo multicapa Fe/CoNi: a) núcleo FeSiB (1), vidrio (2) y Au (3); b) Au (3) y capa externa de CoNi (4) [INF2008].

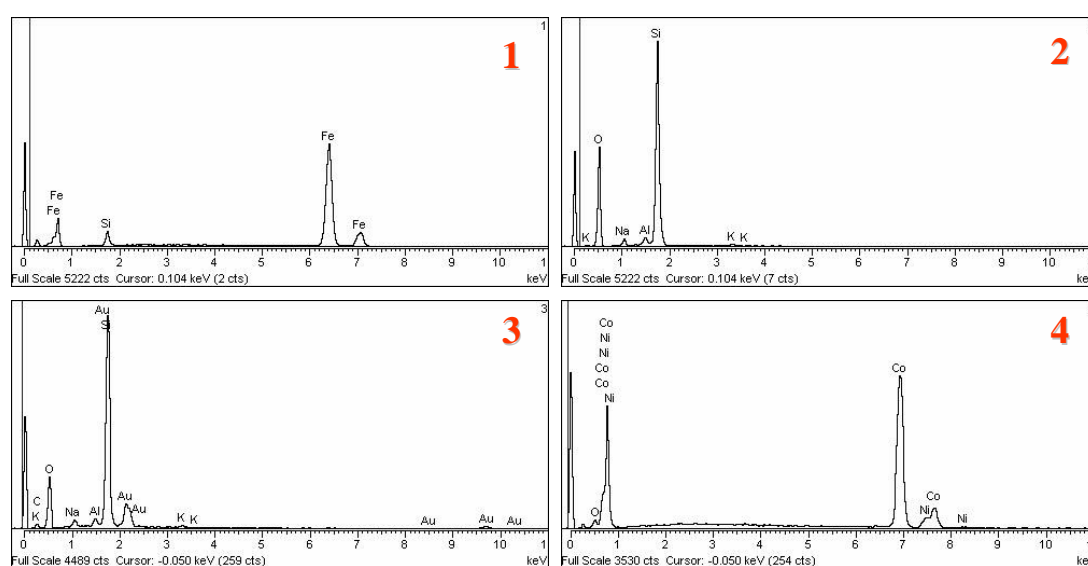


Fig. 3.9.-Microanálisis superficial de las diferentes capas del microhilo multicapa Fe/CoNi: núcleo FeSiB (1), vidrio (2), Au (3) y capa externa de CoNi (4).

| espectro | C | O | Na | Al | Si | K | Fe | Co | Ni | Au |
|----------|-------|-------|------|------|-------|------|-------|-------|------|------|
| 1 | | | | | 9.24 | | 90.76 | | | |
| 2 | | 71.23 | 1.78 | 0.80 | 25.96 | 0.24 | | | | 2.80 |
| 3 | 20.21 | 42.92 | 1.63 | 0.97 | 31.14 | 0.32 | | | | |
| 4 | | 6.53 | | | | | | 87.30 | 6.16 | |

Tabla 3.4.- Composición superficial en porcentaje atómico de las diferentes capas del microhilo multicapa Fe/CoNi

e) Microhilo multicapa FePt/FeNi

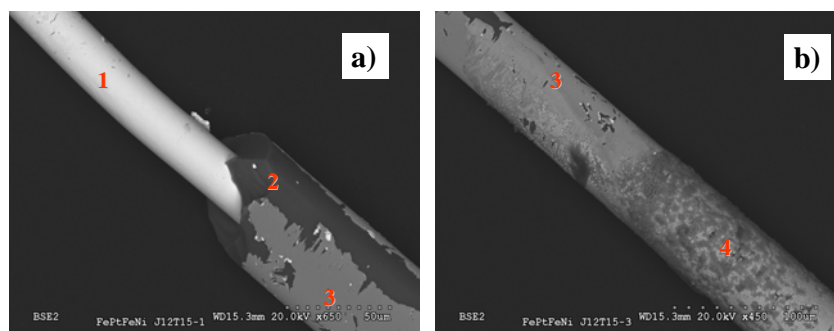


Fig. 3.10.-Imágenes tomadas con SEM-EDX del microhilo multicapa FePt/FeNi: a) núcleo FePtSi (1), vidrio (2) y Au (3); b) Au (3) y capa externa de FeNi (4)

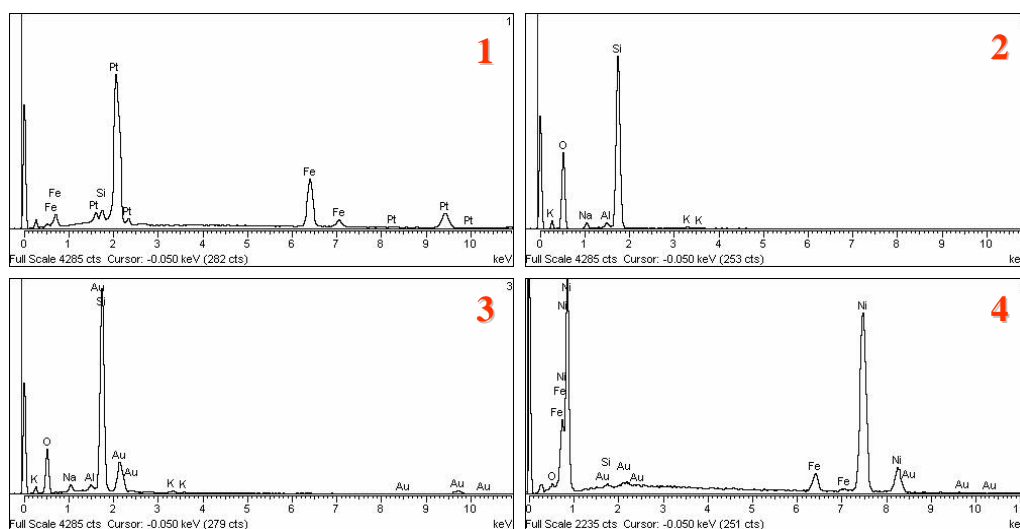


Fig. 3.11.-Microanálisis superficial de las diferentes capas del microhilo multicapa FePt/FeNi: núcleo FePtSi (1), vidrio (2), Au (3) y capa externa de FeNi (4).

| espectro | O | Na | Al | Si | K | Fe | Ni | Pt | Au |
|----------|-------|------|------|-------|------|-------|-------|-------|------|
| 1 | | | | 5.88 | | 52.12 | | 41.99 | |
| 2 | 70.00 | 1.76 | 0.74 | 27.20 | 0.30 | | | | |
| 3 | 59.45 | 2.12 | 0.93 | 33.62 | 0.37 | | | | 3.51 |
| 4 | 5.33 | | | 0.70 | | 4.99 | 88.60 | | 0.37 |

Tabla 3.5.- Composición superficial en porcentaje atómico de las diferentes capas del microhilo multicapa FePt/FeNi

3.2 Espesor y composición de la capa externa en función de los parámetros de electrodeposición

Como ya vimos en la sección 2.3, en el proceso de electrodeposición de las aleaciones de CoNi o FeNi influyen muchos factores, sin embargo los que controlan

principalmente el espesor y la composición de dichas aleaciones es el tiempo, t , y la densidad de corriente, j , de electrodeposición.

a) Composición

En la figura 3.12 podemos observar la dependencia del %Ni para la aleación electrodepositada de CoNi en función tanto del tiempo t como de la densidad de corriente de la electrodeposición j . Para una $j=12 \text{ mA/cm}^2$, el %Ni presenta un valor constante entorno al 10 % para un rango de tiempos entre 0 y 60 min. Por otro lado, para un tiempo constante de 30 min, el porcentaje de Ni permanece ligeramente constante alrededor de 10 % para densidades pequeñas hasta 24 mA/cm^2 . Para densidades de corriente mayores, el %Ni incrementa de manera lineal, alcanzando un valor de 20 % para $j=96 \text{ mA/cm}^2$. Similares resultados fueron obtenidos por la técnica de GDOES (Glow Discharge Optical Emisión Spectroscopy) [PIR2005]. En esta tesis se ha trabajado a composición constante de $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}$, lo cual corresponde a densidades de corriente inferiores a 24 mA/cm^2 .

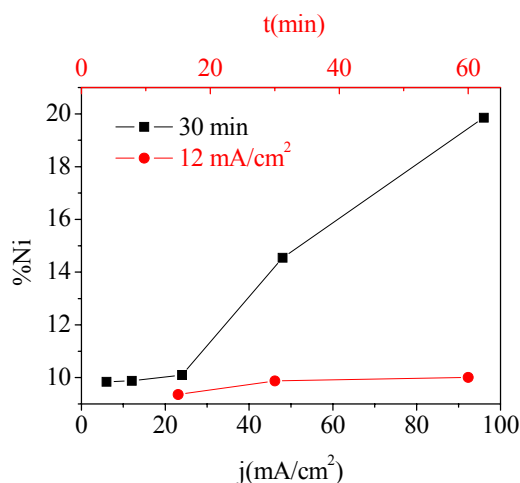


Fig. 3.12.-Evolución del %Ni para la aleación de CoNi en función de los parámetros de electrodeposición: i) densidad de corriente (a tiempo constante de 30 min) y ii) tiempo (a densidad de corriente constante de 12 mA/cm^2).

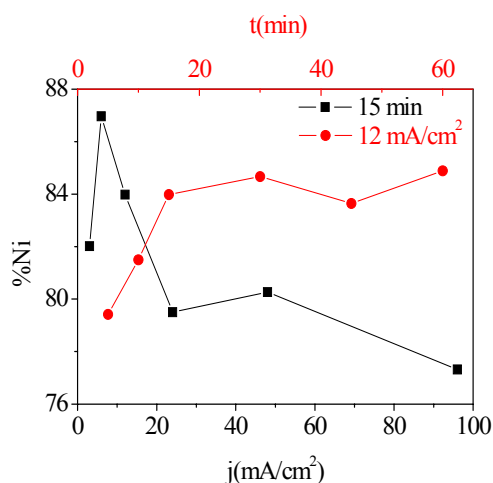


Fig. 3.13.-Evolución del %Ni para la aleación de FeNi en función de los parámetros de electrodeposición: i) densidad de corriente (a tiempo constante de 15 min) y ii) tiempo (a densidad de corriente constante de 12 mA/cm^2) [TORR2008A].

El comportamiento del %Ni en función de los parámetros de electrodeposición para la capa externa de FeNi se observa en la figura 3.13. Para $j=12 \text{ mA/cm}^2$, el %Ni aumenta con el tiempo para valores pequeños, de 79 % a 84 %, manteniéndose constante en este valor a partir de los 15 min. Cuando mantenemos constante el tiempo, 15 min, el %Ni aumenta al principio con la densidad de corriente a 87% para decrecer después, alcanzando el valor de 75 % para la máxima densidad de corriente. Podemos concluir que en el rango de parámetros de electrodeposición utilizados en esta tesis, la composición de la capa de FeNi varía entre $\text{Fe}_{25}\text{Ni}_{75}$ y $\text{Fe}_{13}\text{Ni}_{87}$, que son unas composiciones muy próximas al permalloy con comportamiento magnético blando, $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$.

b) Espesor

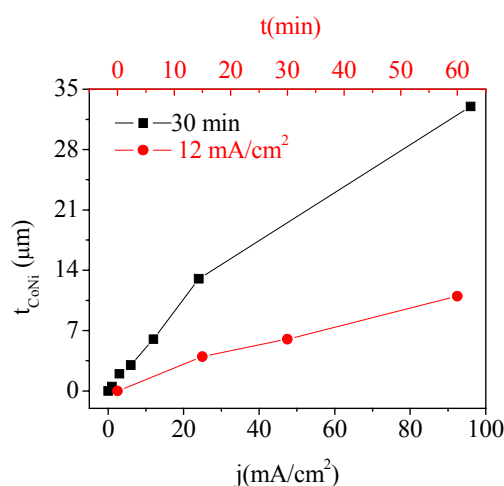


Fig. 3.14.- Dependencia del espesor de CoNi en función de los parámetros de electrodeposición: i) densidad de corriente (a tiempo constante de 30 min) y ii) tiempo (a densidad de corriente constante de 12 mA/cm^2) [VAZ2007B].

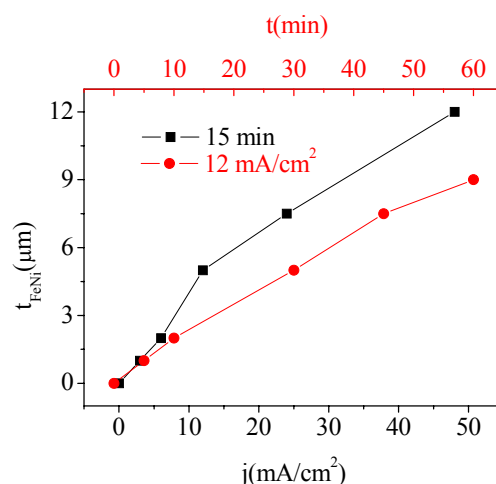


Fig. 3.15.- Dependencia del espesor de FeNi en función de los parámetros de electrodeposición: i) densidad de corriente (a tiempo constante de 15 min) y ii) tiempo (a densidad de corriente constante de 12 mA/cm^2).

Las figuras 3.14 y 3.15 muestran la dependencia del espesor de la capa externa de CoNi (t_{CoNi}) y FeNi (t_{FeNi}), respectivamente, con la densidad de corriente y el tiempo de electrodeposición. El análisis en función de j se ha llevado a cabo a tiempo constante de 30 min para CoNi y 15 min para FeNi, mientras que el estudio variando el tiempo se ha realizado para $j=12 \text{ mA/cm}^2$ en ambas aleaciones. Como era de esperar, el espesor

crece con el aumento de ambos parámetros para las dos aleaciones estudiadas. Sin embargo, el ritmo de crecimiento de la capa electrodepositada (pendiente de la gráfica) va disminuyendo a medida que vamos aumentando tanto la densidad de corriente como el tiempo. Esto se debe a que durante el proceso de electrodeposición, el área (A) de electrodeposición va aumentando. Con lo cual, si durante todo el proceso mantenemos constante la corriente (I), se produce una disminución de la densidad de corriente según la ecuación (3.1) y por tanto una deceleración en el ritmo de crecimiento.

$$j = I/A \quad (3.1)$$

La densidad de corriente efectiva va disminuyendo según va transcurriendo el proceso de electrodeposición según la ecuación (3.2):

$$j_{eff} = I/(A_0 + 2t_{dep}) \quad (3.2)$$

Donde A_0 es el área inicial de la muestra antes de la electrodeposición (el área total del material amorfo precursor) y t_{dep} el espesor de la capa electrodepositada. A j y t pequeñas se puede considerar la j_{eff} constante durante todo el proceso, con lo cual en este rango el espesor incrementa linealmente con los parámetros de la electrodeposición, como se muestra en las figuras 3.14 y 3.15.

Como hemos visto en la sección 2.3, hay otros parámetros que también pueden influir en el ritmo de crecimiento: temperatura, pH del electrolito y la agitación.

3.3 Estructura cristalina [VAZ2007B,TORR2008A]

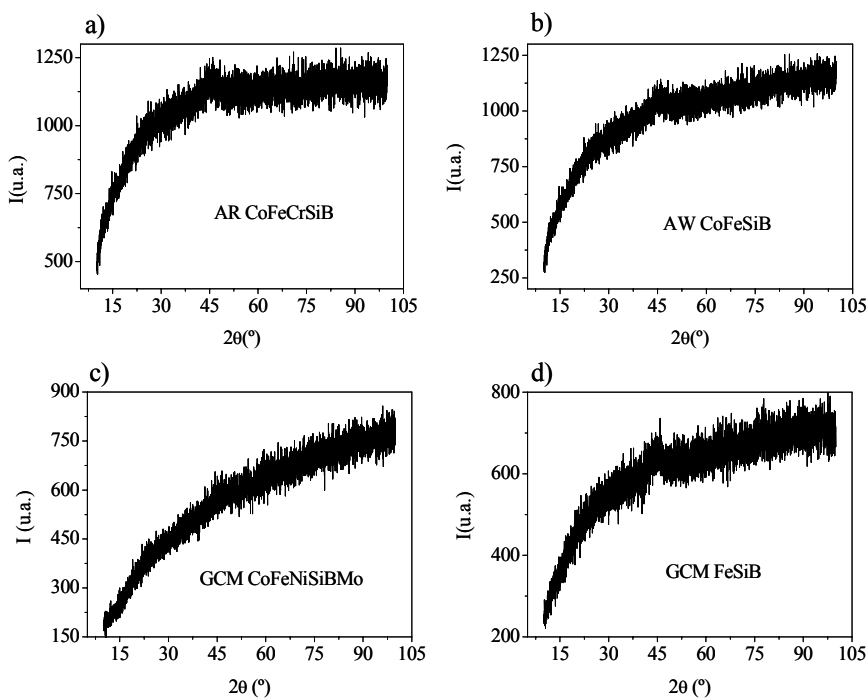


Fig. 3.16.-Espectros de RX correspondientes a los núcleos amorfos de las familias bifásicas analizadas: a) Cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi, b) hilo bicapa CoFe/CoNi, c) microhilo multicapa CoFe/CoNi y d) microhilo multicapa Fe/CoNi.

El estudio de la estructura cristalina lo hemos dividido en varias partes: en primer lugar hemos analizado los difractogramas correspondiente a los núcleos con carácter magnético blando, figura 3.16, es decir los núcleos correspondientes a las cintas tracas CoNi/CoFe/CoNi, a los hilos bicapas CoFe/CoNi y a los microhilos multicapas CoFe/CoNi y Fe/CoNi. Todas las gráficas muestran una ausencia total de picos de difracción y por lo tanto de estructura cristalina. La presencia de un halo amorfo entorno a 45° se encuentra enmascarada en gran parte por la señal del protamuestras de vidrio. La estructura amorfa es debida a la técnica de fabricación utilizada, solidificación ultrarrápida, que con ritmos de enfriamiento de 10^6 K/s impide que los átomos se reordenen hacia su estado de mínima energía; y también a la presencia de metaloides como Si y B en sus respectivas composiciones que ayudan a obtener dicha estructura.

Por otro lado, el análisis de RX del núcleo de FePtSi en el microhilo multicapa FePt/FeNi ofrece un espectro de difracción que difiere bastante del obtenido para las anteriores aleaciones usando la misma técnica de fabricación. Tal y como se observa en la figura 3.17a, el núcleo de FePtSi presenta una estructura cristalina FCC desordenada. Dicha estructura se caracteriza por presentar los átomos de Fe y Pt situados en posiciones aleatorias dentro de una estructura FCC, figura 3.18a.

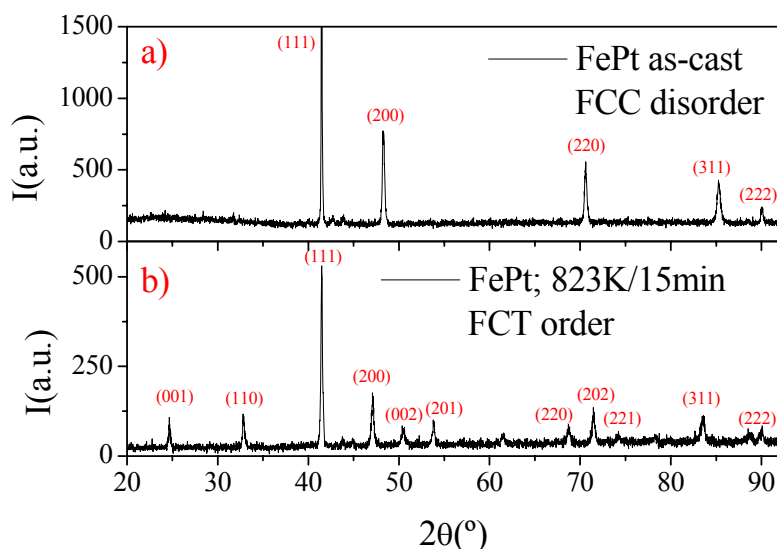


Fig. 3.17.-Espectro de RX del núcleo de FePtSi perteneciente: a) antes y b) después del tratamiento térmico a 823 K durante 15 minutos.

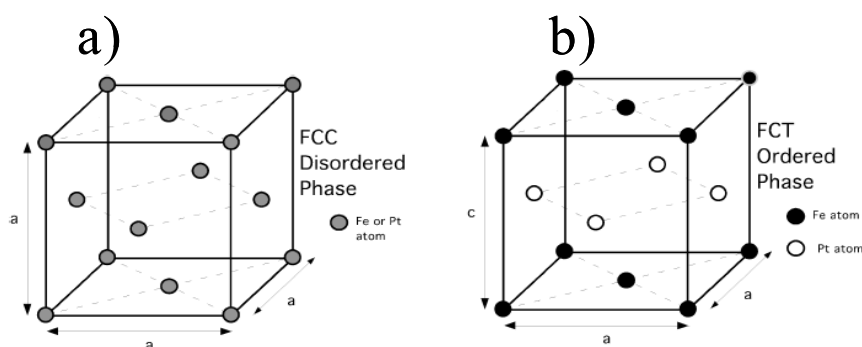


Fig. 3.18.-Esquema típico de las dos estructuras cristalinas más comunes que presenta el compuesto binario Fe-Pt: a) FCC desordenado y b) FCT ordenado.

Un estudio previo reportado en cintas amorfas por Yamamoto [YAM2007], analiza de forma exhaustiva las diferentes estructuras cristalinas obtenidas en función de

los porcentajes atómicos de $\text{Fe}_x\text{Pt}_y\text{Si}_z$, figura 3.19. Así, para la aleación $\text{Fe}_{63}\text{Pt}_{27}\text{Si}_{10}$ se obtiene una estructura cristalina FCC lo cual concuerda perfectamente con nuestro estudio de RX. Yamamoto interpreta las diferentes estructuras cristalinas en función del porcentaje de Si y en términos de la energía libre de Gibbs, figura 3.20: para el estado amorfo (G_L), estructura FCC (G_γ), $L1_0$ ó FCT ordenada (G_{L1_0}) y fases cristalinas de compuestos binarios de silicios (G_C). Podemos observar que para poco contenido de Si (c_1), desde 0 a 10 %, la aleación de FePt obtenida por solidificación ultrarrápida presenta una estructura FCC. Si vamos aumentando el contenido de Si (c_2), 10-20 %, el líquido cristaliza en fase $L1_0$ en lugar de FCC. Para un rango intermedio de Si (c_3), 20-30 %, se necesita un rango de difusión largo para alcanzar un estado de equilibrio compuesto por la fase $L1_0$ y fases cristalinas de Si-Fe, con lo cual se obtiene una aleación en estado amorfo. Por último para altos contenidos de Si (c_4), la aleación obtenida por solidificación ultrarrápida tiene una fase cristalina de Si-Fe.

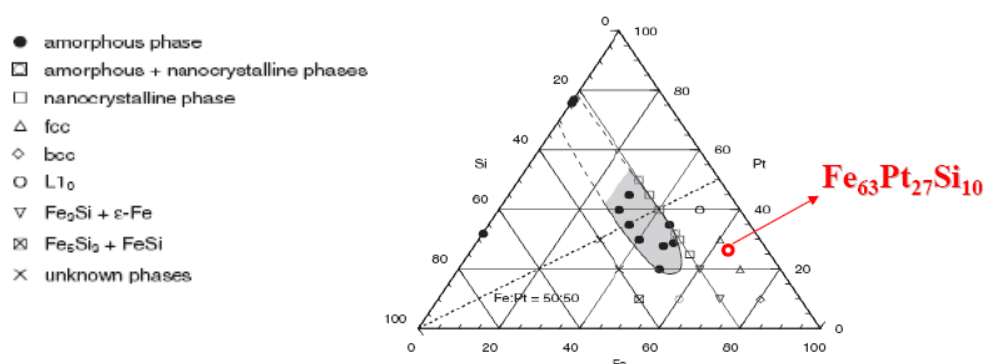


Fig. 3.19.-Diagrama de las diferentes fases cristalinas en aleaciones de Fe-Pt-Si en función de la composición de los diferentes elementos. La zona gris indica estado amorfo y la línea discontinua igual porcentaje de Fe-Pt (intermetálico) [YAM2007].

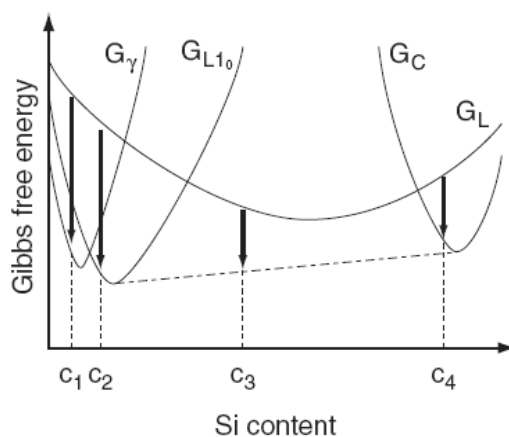


Fig. 3.20.-Diagrama esquemático de las diferentes energías de Gibbs correspondientes al estado amorfo (G_L) y las diferentes estructuras cristalinas: FePt $L1_0$ ó FCT (G_{L1_0}), FePt FCC (G_γ) y diferentes compuestos de FeSi (G_C) [YAM2007].

Es bien conocido por la literatura [KUS1950, GRA1935, LIP1941] que la superestructura de FePt $L1_0$ (FCT) puede ser crecida a partir de aleación de FePt FCC o en estado amorfo mediante un tratamiento térmico adecuado. Esta fase cristalina FCT ordenada presenta un comportamiento magnéticamente más duro que en fase FCC o amorfo, como veremos más adelante en la sección de caracterización magnética. Se ha

realizado un estudio en función del tiempo y temperatura del tratamiento térmico, obteniéndose un comportamiento magnético duro óptimo para un tratamiento de 823 K durante 15 min. Para dicho tratamiento térmico el espectro de RX presenta una estructura FCT ordenada como verifica la figura 3.17b. Esta superestructura ordenada se caracteriza por tener planos de átomos de Fe y Pt de manera alternado a lo largo del eje c, como indica la figura 3.18b. Notar que los picos de difracción de la figura 3.17 han sido ajustados para una aleación Fe₃Pt.

Para terminar este apartado, en las figuras 3.21a y 3.21b se muestra el espectro de difracción de RX para las aleaciones de CoNi y FeNi, respectivamente, depositadas por la técnica de electrodeposición. La aleación de CoNi presenta una estructura hexagonal compacta (HCP), mientras que en el permalloy se ha detectado dos fases: una FCC correspondiente a los picos principales y la cúbica simple (SC) reflejada en los picos secundarios. Hay que reseñar que el análisis de RX de estas dos aleaciones se ha realizado en función de la densidad de corriente y tiempo de electrodeposición, obteniéndose prácticamente el mismo espectro en todo el rango.

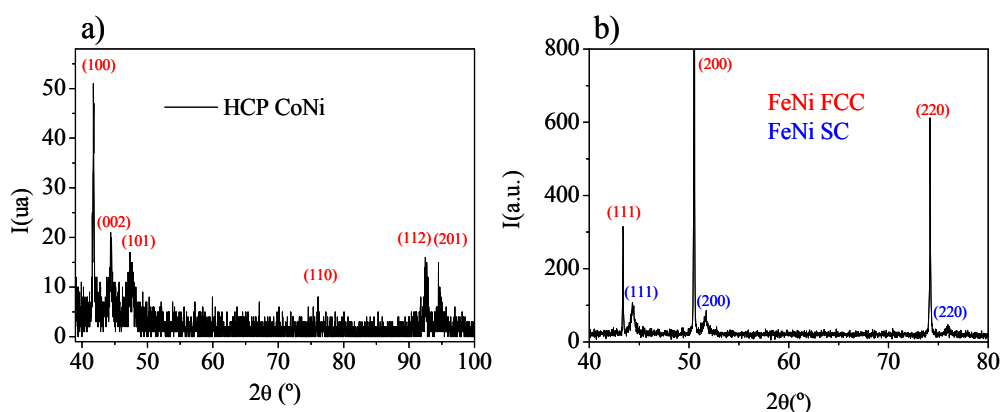


Fig. 3.21.-Espectros de RX de las capas externas depositadas por electrodeposición: a) CoNi [VAZ2007B] y (b) FeNi [TORR2008A].

Capítulo 4

Caracterización magnética

4.1 Carácter bifásico

Todos los microsistemas bifásicos analizados en la presente memoria tienen un comportamiento magnético caracterizado por dos saltos de imanación como muestra la figura 4.1: el salto brusco de imanación a bajo campo magnético corresponde a la inversión de imanación de la fase blanda (flecha roja) y el salto más progresivo a alto campo pertenece a la inversión de la fase dura (flecha azul).

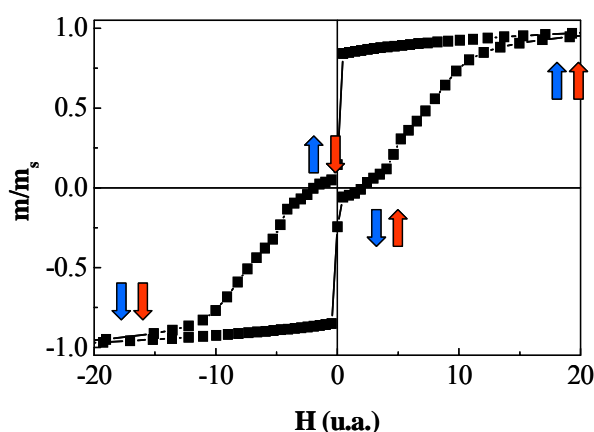


Fig. 4.1.- Típico ciclo de histéresis de un sistema magnético bifásico con núcleo blando y capa externa dura.

Teniendo en cuenta los diferentes sistemas estudiados en esta tesis (cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi, hilos bicapas CoFe/CoNi, microhilos multicapa CoFe/CoNi, microhilos multicapas Fe/CoNi y microhilos multicapas FePt/FeNi), la fase blanda correspondería al núcleo de CoFe, núcleo de Fe y capa externa de FeNi, mientras que la fase dura estaría relacionada con la capa externa de CoNi y el núcleo de FePt.

A continuación, caracterizaremos magnéticamente las diferentes familias, analizando primero cada fase magnética por separado y luego el carácter bifásico del sistema en función del espesor de la capa externa electrodepositada: CoNi y FeNi.

4.1.1 Cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi [KRA2007]

Las cintas tricapas están compuestas por un núcleo ultrablando de CoFe, cubierto de dos capas externas duras de CoNi a ambos lados:

- el núcleo de CoFeCrSiB (con longitud $l_{CoFe} = 7 \text{ cm}$) presenta un ciclo anhisterético con un comportamiento ultrablando acorde con su baja magnetostricción próxima a cero, -10^{-7} , y un valor de campo de anisotropía circular de 25 A/m , aproximadamente, figura 4.2a. La inversión de la imanación

se produce mediante desplazamiento de paredes y rotación de dominios, acorde con el modelo propuesto por de Kronmuller [KRO1979] y explicado en la figura 1.3.

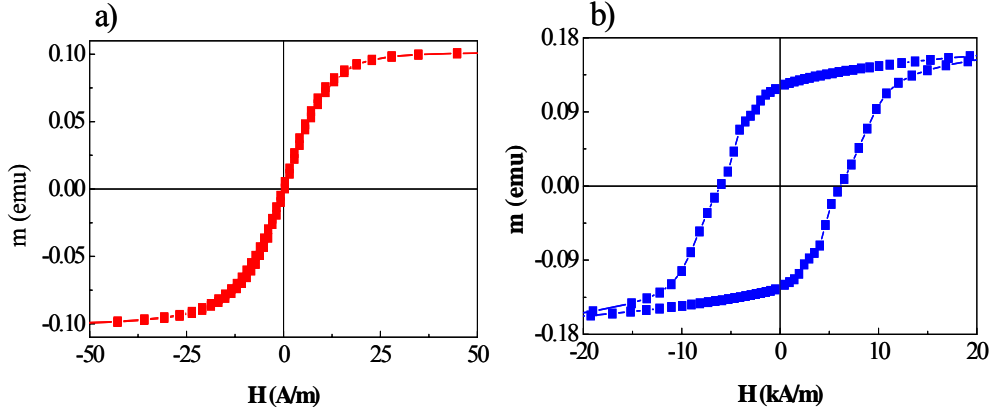


Fig. 4.2- (a) Ciclos de histeresis de la fase magnética (a) blanda y (b) dura de la cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi.

- La fase dura de CoNi (longitud $l_{CoNi} = 5.5 \text{ cm}$) con estructura magnética multidominio presenta un ciclo de histéresis con relativa alta cuadratura (dependiendo del cociente m_r/m_s) y un poco tumbado como muestra la figura 4.2b. Su mecanismo de inversión de la imanación es por desplazamiento de paredes y rotación de la imanación. El valor de su coercitividad para el caso de dos capas externas de CoNi con un diámetro cada una de $12 \mu\text{m}$ es de 6100 A/m . El aumento del espesor de la fase dura (t_{CoNi}) provoca un aumento de la coercitividad ($H_{c,CoNi}$), momento magnético de saturación (m_s) y remanencia (m_r), figura 4.3a. Así, la evolución de la coercitividad con el espesor de CoNi sigue una dependencia del tipo $H_{c,CoNi} \sim (cte + t_{CoNi})^{0.5}$. Mientras que la dependencia de m_s y m_r con t_{CoNi} es prácticamente lineal, como era de esperar, figura 4.3b. Además el aumento de t_{CoNi} , provoca un ligero aumento de la susceptibilidad tanto en la zona correspondiente a la inversión de la imanación como en la zona próxima a la saturación, debido a la anisotropía de forma.

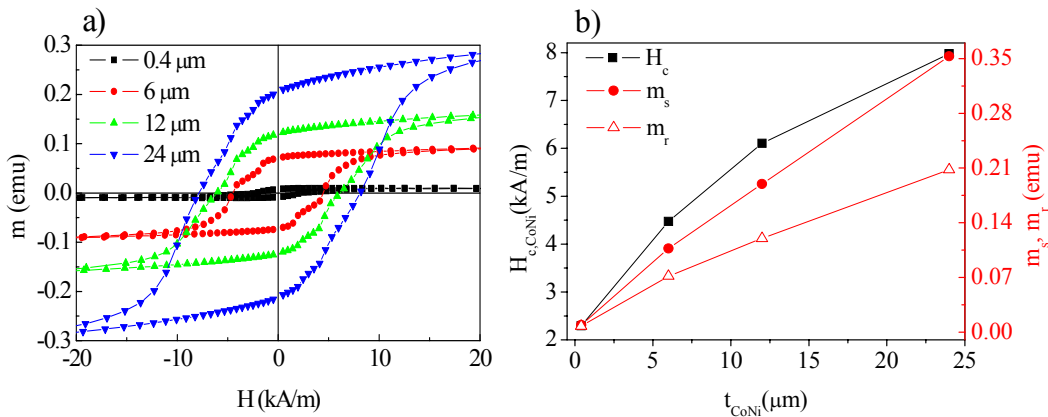


Fig. 4.3- (a) Ciclos de histeresis de las capas externas de CoNi en función t_{CoNi} . (b) Dependencia de la coercitividad, momento magnético de saturación y remanencia con t_{CoNi} [KRA2007,VAZ2007B].

El estudio del ciclo de histéresis del sistema bifásico con el espesor de la fase dura se muestra en la figura 4.4. El volumen magnético de la fase dura va creciendo a medida que el t_{CoNi} va aumentando. La dependencia de la coercitividad del sistema bifásico (H_c) con t_{CoNi} se muestra en la figura 4.5a. Podemos observar que a espesores

pequeños, entre 0 y 6 μm , H_c se mantiene constante y muy próximo a la coercitividad del CoFe ($H_{c,\text{CoFe}}$). A partir de 6 μm , el H_c experimenta un fuerte crecimiento acercándose a la coercitividad de la fase dura ($H_{c,\text{CoNi}}$). Con lo cual, la coercitividad del sistema bifásico esta dominado por la fase blanda para pequeños espesores y por la fase dura para grandes espesores. La coercitividad total del sistema puede ser expresado de forma cualitativa como:

$$H_c \approx \frac{m_{s,\text{CoFe}}}{m_s} H_{c,\text{CoFe}} + \frac{m_{s,\text{CoNi}}}{m_s} H_{c,\text{CoNi}} \quad (4.1)$$

Donde m_s , $m_{s,\text{CoFe}}$ y $m_{s,\text{CoNi}}$ es el momento magnético de saturación del sistema bifásico, de la fase blanda y de la fase dura, respectivamente. El incremento de m_s y m_r con t_{CoNi} en la cinta tricapa se muestra en la figura 4.5b. El comportamiento lineal de ambas magnitudes se rompe para valores pequeños del espesor, donde prácticamente la mayor parte de m_s y m_r es introducida por la fase blanda.

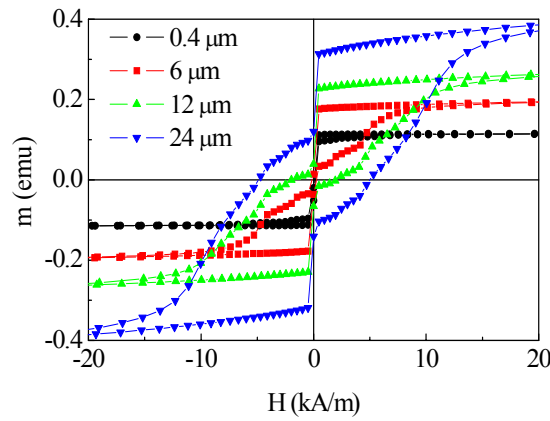


Fig. 4.4.- Ciclos de histeresis en cintas tricapas para diferentes espesores de CoNi [KRA2007]

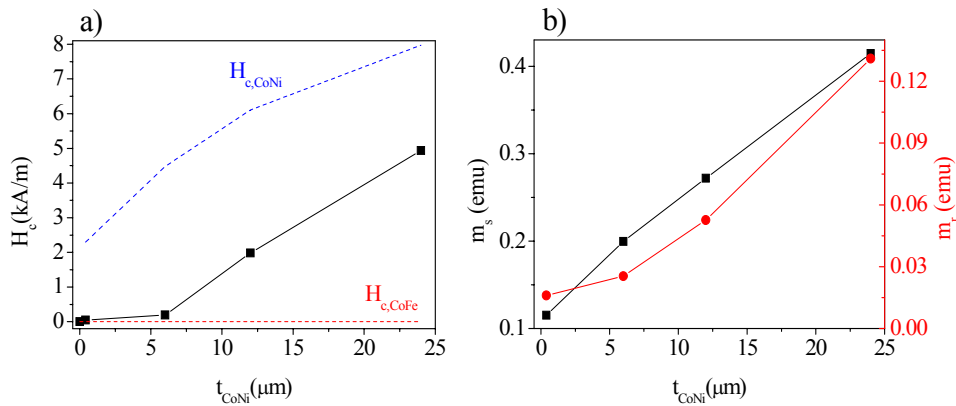


Fig. 4.5.- (a) Dependencia de la coercitividad, (b) momento magnético de saturación y remanencia del sistema bifásico con t_{CoNi} .

4.1.2 Hilo bicapa CoFe/CoNi [VAZ2006B,KRA2007]

Los hilos bicapas CoFe/CoNi, que presentan la misma configuración magnética que las cintas tricapas pero diferente geometría, están compuestos por:

-El núcleo blando rico en CoFeSiB ($I_{CoFe} = 6 \text{ mm}$) con baja magnetostricción, del orden de -10^{-7} , y un ciclo anhisterético con un campo de anisotropía circular de 1000 A/m , figura 4.6a. El mecanismo de reversión de la imanación es mediante la rotación de los dominios circulares y la propagación de paredes en los dominios axiales.

-La capa externa de CoNi ($I_{CoNi} = 6 \text{ mm}$) presenta un comportamiento magnético muy similar al del apartado anterior, tanto en forma de ciclos de histeresis, figura 4.6b, valores de coercitividad y su evolución con el espesor, figuras 4.7.: la dependencia de la coercitividad con el espesor de CoNi es del tipo $H_{c,CoNi} \sim (cte + t_{CoNi})^{0.3}$, mientras que la dependencia del momento magnético de saturación y de remanencia es prácticamente lineal, a excepción del espesor de mayor valor, $18 \mu\text{m}$, donde la linealidad empieza a perderse.

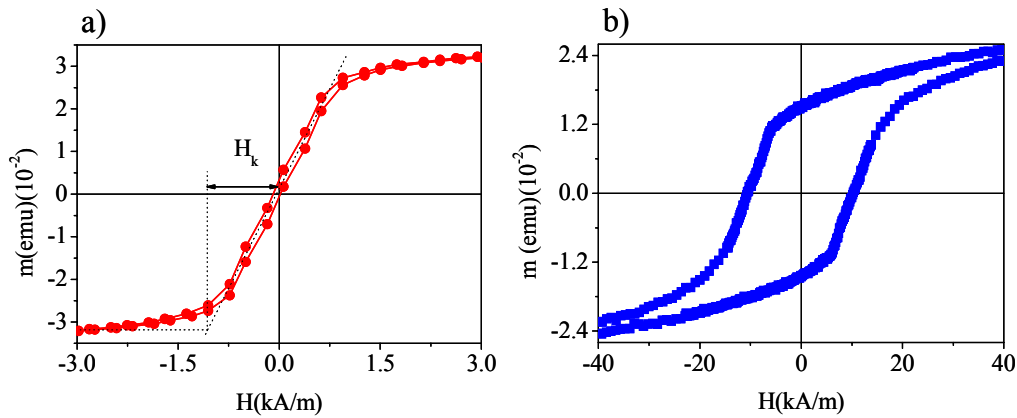


Fig. 4.6.- Ciclos de histeresis: a) hilo amorfo de CoFeSiB de $120 \mu\text{m}$ de diámetro (material precursor), b) Cubierta externa de CoNi, $t_{CoNi} = 13 \mu\text{m}$.

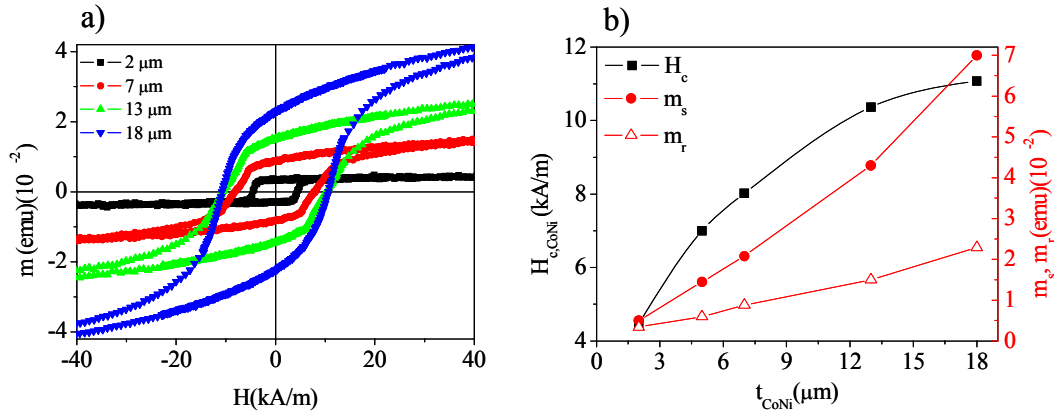


Fig. 4.7-(a) Ciclos de histeresis de la capa externa de CoNi en función del espesor. (b) Dependencia de la coercitividad, momento magnético de saturación y remanencia con el espesor de CoNi.

Los ciclos de histeresis bifásicos de los hilos bicapas en función de t_{CoNi} se representan en la figura 4.8a. El volumen magnético del núcleo mucho mayor que el de la capa externa, hace que el comportamiento magnético del sistema bifásico este controlado mayoritariamente por la fase blanda. Así, en el rango de espesores de CoNi analizado, entre 0 y $18 \mu\text{m}$, tanto la coercitividad como la remanencia del sistema son prácticamente nulos. La dependencia de m_s total con el t_{CoNi} sigue la misma evolución que la saturación de la fase dura como se observa en la figura 4.8b.

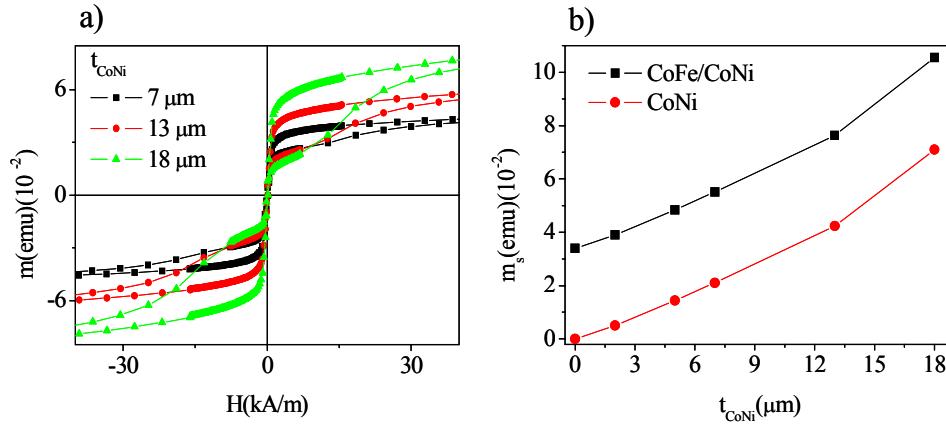


Fig. 4.8.- (a) Ciclos de histeresis de los hilos bicapas CoFe/CoNi para diferentes t_{CoNi} [VAZ2007B]. (b) momento magnético de saturación del sistema bifásico CoFe/CoNi en comparación con el de CoNi

En principio puede resultar extraño el hecho de que el momento magnético de saturación del CoNi sea proporcional a su espesor tratándose de un material con geometría cilíndrica. Sin embargo, si analizamos dicha dependencia teórica en el caso de un cilindro hueco (con radio interno R_{int} , radio externo R_{ext} y espesor t) podemos comprobar que el momento magnético de saturación y el espesor se relacionan mediante un polinomio de orden 2:

$$m_s \approx \pi l (R_{\text{ext}}^2 - R_{\text{int}}^2) = \pi l (t^2 + 2R_{\text{int}}t + 2R_{\text{int}}^2) \quad (4.2)$$

Para $t \ll R_{\text{int}}$, el comportamiento estará controlado por el término lineal y para $t \gg R_{\text{int}}$ por el término cuadrático. En nuestro caso, con $R_{\text{int}} = 60 \mu\text{m}$ y t en el rango de espesores pequeños entre $0-20 \mu\text{m}$, se puede considerar la dependencia lineal como una buena aproximación según cálculo teórico de la figura 4.9 para un microtubo externo de CoNi.

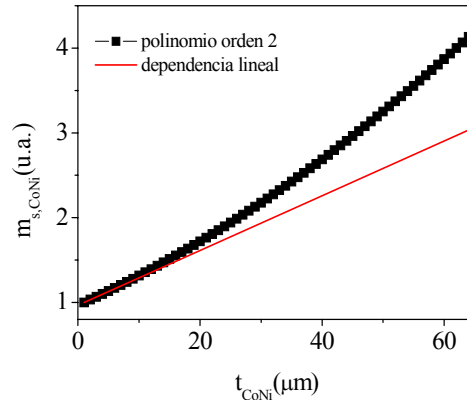


Fig. 4.9.- Dependencia teórica del momento magnético de saturación de la capa externa de CoNi con su espesor.

4.1.3 Microhilo multicapa CoFe/CoNi [PIR2005,VAZ2006B, TORR2007A,TORR2007C]

Los microhilos multicapas CoFe/CoNi presentan la misma configuración magnética y geometría que los hilos bicapas CoFe/CoNi, pero en este caso las dos fases magnéticas están separadas por una capa aislante de vidrio:

-El núcleo blando de CoFeNiSiBMo ($l_{CoFe} = 6 \text{ mm}$) está caracterizado por un ciclo anhisterético con un valor de campo anisotropía circular de 480 A/m , acorde con su baja magnetostricción próxima a cero ($-3 \cdot 10^{-7}$), figura 4.10a. Su mecanismo de inversión de imanación esta controlado principalmente por rotación de la imanación los dominios circulares de la parte externa del núcleo y en menor medida por la propagación de paredes en la parte interna.

-La capa externa de CoNi ($l_{CoNi} = 6 \text{ mm}$), figura 4.10b y 4.11, presenta las mismas propiedades magnéticas descritas en los dos sistemas bifásicos anteriores: i) ciclo cuadrado tumbado; ii) coercitividad en el rango entre 4-12 kA/m , iii) incremento de la coercitividad con t_{CoNi} según la gráfica 4.11b, permaneciendo después constante para valores mayores de $11 \mu\text{m}$ y iv) crecimiento lineal de m_s y m_r en el rango de t_{CoNi} entre 0 y $11 \mu\text{m}$, acorde con la ecuación (4.2).

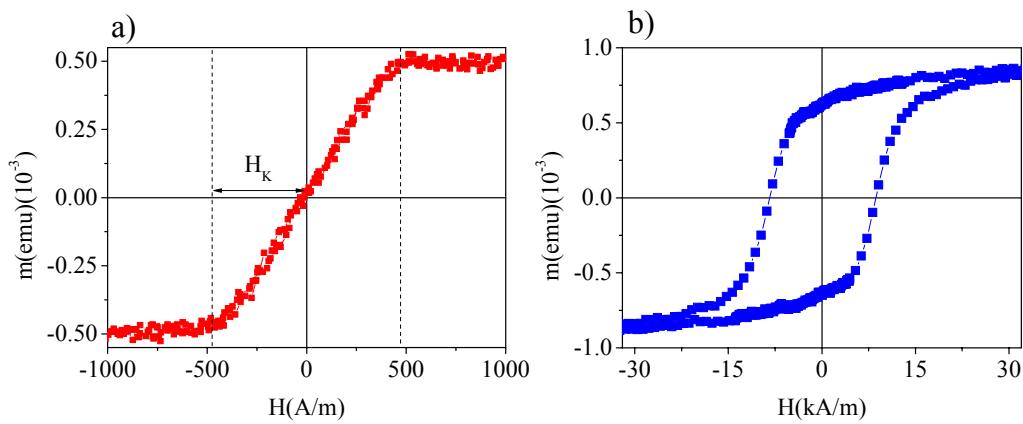


Fig. 4.10.- (a) Ciclos de histeresis del microhilo de CoFeSiB recubierto de vidrio (material precursor) y (b) de la capa externa de CoNi.

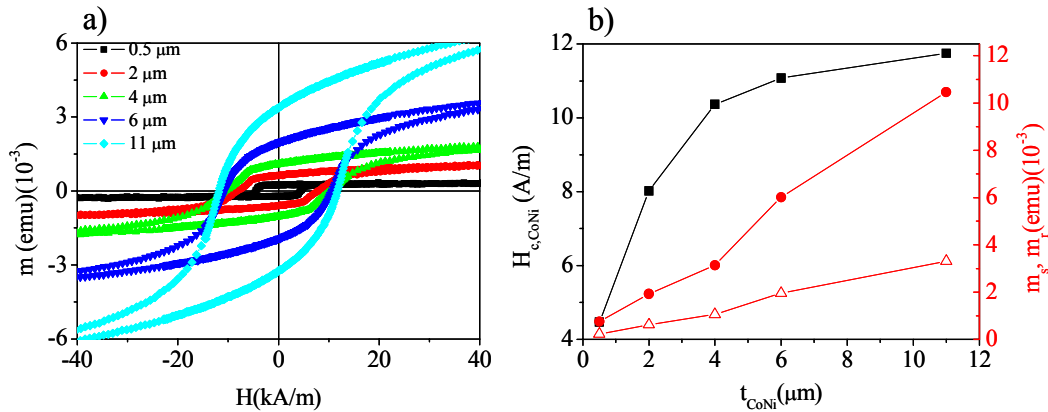


Fig. 4.11.- (a) Ciclos de histeresis de la capa externa de CoNi en función del espesor. (b) Dependencia de la coercitividad, momento magnético de saturación y remanencia con el espesor de CoNi.

En las figuras 4.12 y 4.13 se observan los ciclos de histeresis bifásicos de los microhilos multicapas CoFe/CoNi y la evolución de H_c , m_s y m_r con t_{CoNi} , respectivamente. Para espesores mayores de $1 \mu\text{m}$, la coercitividad del sistema está dominada por la fase dura, figura 4.13b; y m_s y m_r sigue una dependencia lineal con t_{CoNi} , figura 4.13b.

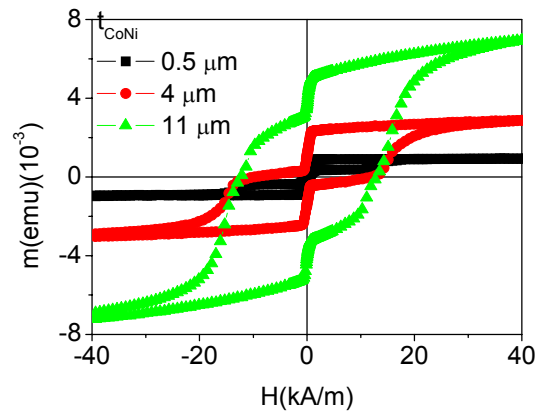


Fig. 4.12.- Ciclos de histeresis del microhilos multicapa CoFe/CoNi para diferentes espesores de CoNi [TORR2007A]

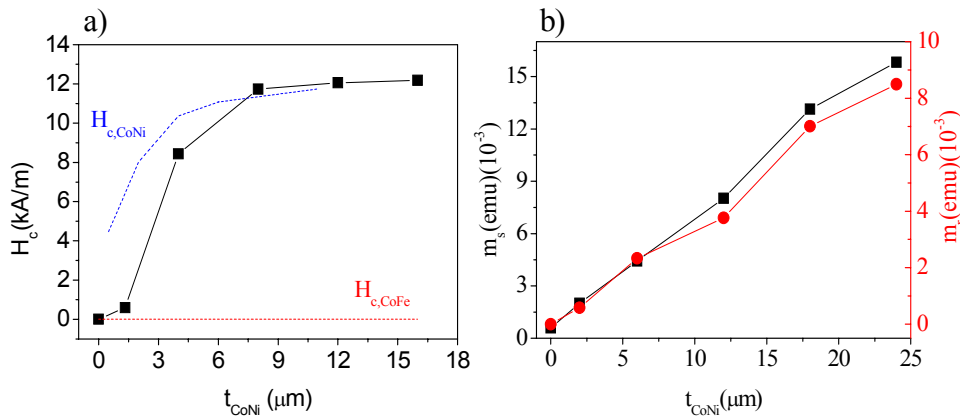


Fig. 4.13.- (a) Dependencia de la coercitividad [TORR2009A], (b) momento magnético de saturación y remanencia de los microhilos multicapas CoFe/CoNi en función de t_{CoNi} .

4.1.4 Microhilo multicapa Fe/CoNi [GAB2008,TORR2008B]

Hasta ahora, hemos caracterizado magnéticamente sistemas bifásicos CoFe/CoNi con geometría plana y cilíndrica con y sin capa intermedia de vidrio; en este apartado realizamos una modificación más, variando sustancialmente la composición del núcleo y la magnetostricción. Los microhilos multicapas Fe/CoNi ($l_{\text{CoFe}}=l_{\text{CoNi}}=6$ mm) a diferencia de los CoFe, están compuestos por un núcleo de FeSiB con magnetostricción alta y positiva, del orden de 10^{-5} , presentando un ciclo de histéresis biestable y cuadrado como muestra la figura 4.14. Como ya se comentó en el capítulo 1, el mecanismo de inversión en esta familia de microhilos se produce mediante la propagación de una única pared de dominio desde un extremo del núcleo al otro [VAR2005].

Los ciclos de histéresis a alto campo de los microhilos multicapas Fe/CoNi se pueden dividir en dos partes atendiendo al espesor de la fase dura [TORR2008B]: i) Para espesores pequeños, figura 4.15a, se observan claramente los dos saltos de imanación típicos de los sistemas bifásicos, uno a campo bajo correspondiente a la propagación de la pared del núcleo biestable y otro a campo más alto perteneciente a la capa externa de CoNi. ii) Sin embargo, a espesores superiores a $4 \mu\text{m}$, figura 4.15b, el salto a campo bajo empieza a desaparecer, observándose únicamente la inversión de

imaneación de la fase dura. Este hecho se debe al acoplamiento magnetoelástico inducido durante la electrodeposición de la fase dura, el cual se abordará detalladamente en el siguiente apartado, 4.2. La evolución de la coercitividad, momento magnético de saturación y remanencia con t_{CoNi} , figuras 4.16, sigue el mismo comportamiento observado anteriormente.

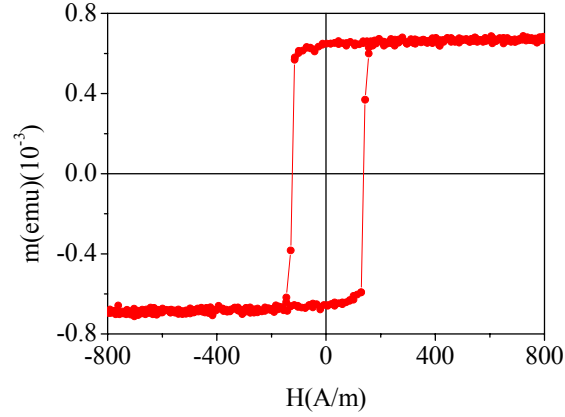


Fig. 4.14.- Ciclo de histeresis del microhilo FeSiB recubierto de vidrio (material precursor) [GAB2008].

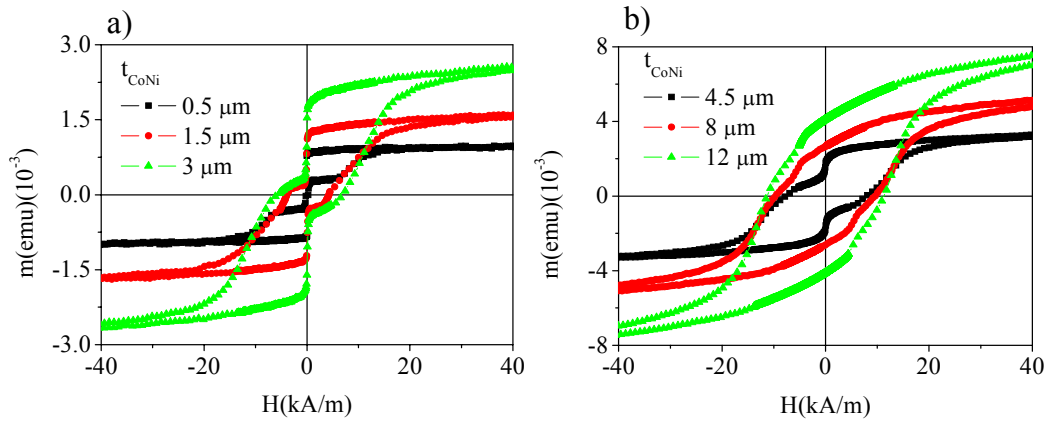


Fig. 4.15.- Ciclos de histeresis del microhilo multicapa Fe/CoNi para (a) $t_{\text{CoNi}} = 0\text{-}3 \mu\text{m}$ y (b) $t_{\text{CoNi}} = 4\text{-}12 \mu\text{m}$.

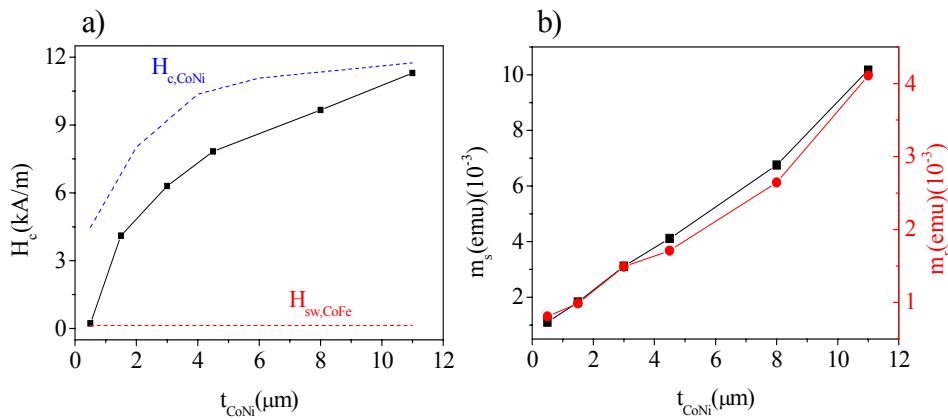


Fig. 4.16.- (a) Evolución de la coercitividad [TORR2008B], (b) momento magnético de saturación y remanencia del microhilo Fe/CoNi con el espesor de la fase dura.

4.1.5 Microhilo multicapa FePt/FeNi [TORR2008A]

Se ha completado el estudio del carácter bifásico, con el estudio de microhilos multicapas FePt/FeNi, los cuales poseen una configuración magnética totalmente opuesta a las familias anteriores: núcleo duro de FePtSi, capa intermedia de vidrio y capa externa blanda de FeNi:

-Como ya se vio en el apartado de caracterización estructural, el FePtSi fabricado por solidificación ultrarrápida posee una estructura desordenada FCC, lo cual le otorga un comportamiento relativamente blando. Un tratamiento térmico adecuado produce una transición de fase a una estructura cristalina FCT ordenada, la cual lleva asociada un comportamiento magnético mucho más duro [KUS1950, GRA1935, LIP1941]. En la figura 4.17a, podemos observar el ciclo de histeresis para un microhilo de FePtSi recubierto de vidrio ($l_{FePt} = 6 \text{ mm}$) antes y después de ser tratado térmicamente a 823 K y 15 min . La muestra con tratamiento presenta un comportamiento magnético mucho más duro, aunque ha perdido bastante señal magnética, lo cual ya fue previamente reportado [KUS1950]. En la figura 4.17b se muestra la evolución del campo coercitivo del FePt, $H_{c,FePt}$ en función de la temperatura y del tiempo del tratamiento. El tratamiento óptimo para el cual se produce la fase magnética más dura es a 823 K para 15 min , alcanzando un valor de 64 kA/m de coercitividad.

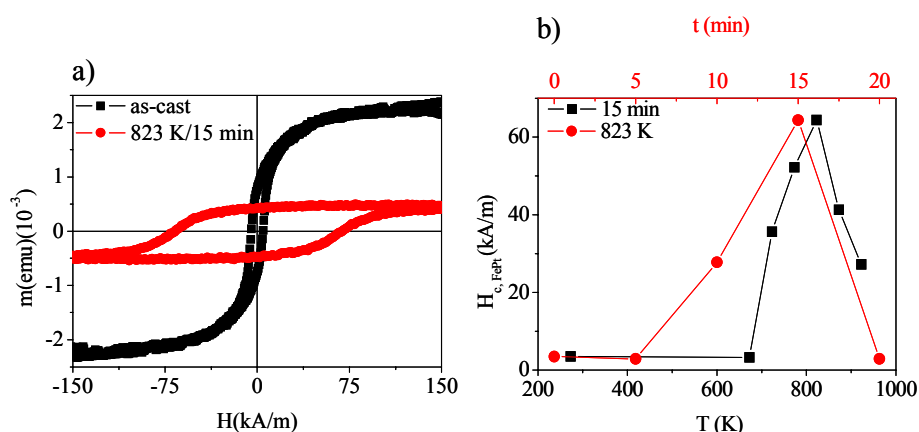


Fig. 4.17.- (a) Ciclo de histeresis de un microhilo FePt recubierto de vidrio antes y después de un tratamiento térmico a 823 K y 15 min . (b) Evolución de la coercitividad en función de los parámetros del tratamiento: temperatura y tiempo [TORR2008A].

-La capa externa de FeNi ($l_{FeNi} = 6 \text{ mm}$) presenta un comportamiento notablemente más blando, figura 4.18a. A medida que crece el espesor de FeNi (t_{FeNi}) se produce un aumento de la susceptibilidad y del momento magnético de saturación en contraste con un fuerte decrecimiento de la coercitividad, $H_{c,FeNi}$, figura 4.18b.

La caracterización magnética de los microhilos multicapas FePt/FeNi en función del espesor de la fase blanda (t_{FeNi}) se representan en la figura 4.19a. En este caso, el salto de imanación a bajo campo corresponde a la capa externa de FeNi, mientras que el salto a campo alto pertenece a la inversión de imanación del núcleo de FePt. La m_s del sistema bifásico crece proporcionalmente con el momento magnético y espesor de la fase blanda. La coercitividad del microhilo multicapa FePt/FeNi, figura 4.19b, está controlada por la fase dura para t_{FeNi} pequeños y por la fase blanda para t_{FeNi} grandes, acorde con la ecuación cualitativa (4.3):

$$H_c \approx \frac{m_{s,FePt}}{m_s} H_{c,FePt} + \frac{m_{s,FeNi}}{m_s} H_{c,FeNi} \quad (4.3)$$

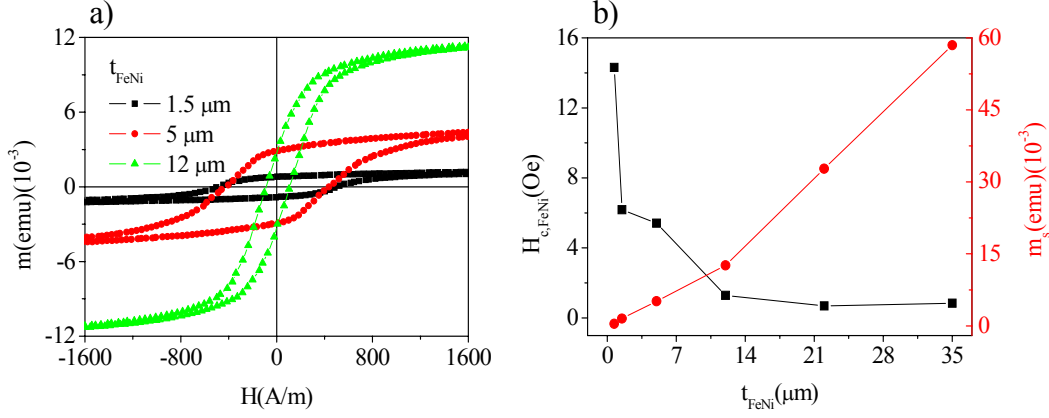


Fig. 4.18.- (a) Ciclo de histeresis de la capa externa blanda de FeNi en función de su espesor. (b) Evolución de la coercitividad y del momento magnético de saturación y de remanencia con el espesor de FeNi.

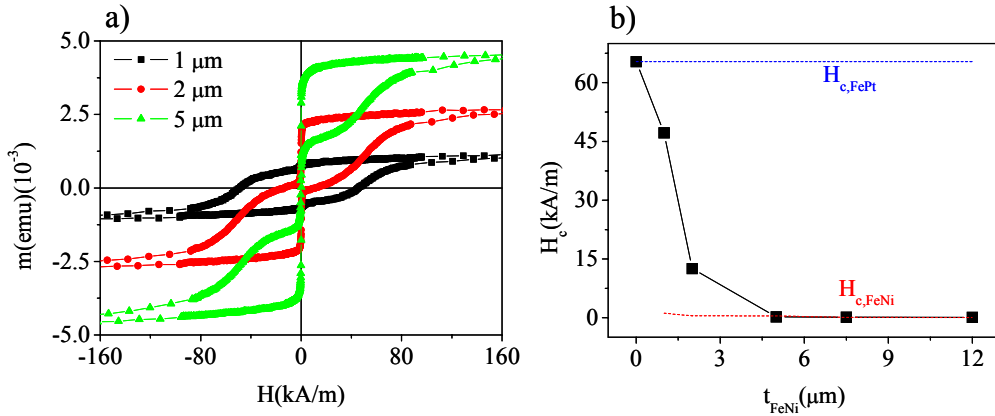


Fig 4.19.- (a) Ciclos de histeresis de los microhilos multicapas FePt/FeNi en función del espesor de la fase blanda. (b) Dependencia de la coercitividad del sistema bifásico en función de t_{FeNi} [TORR2008A].

4.2 Acoplamiento magnetoelástico

Las tensiones internas inducidas en el núcleo magnético blando juegan un papel muy importante en el comportamiento magnético de un material amorfo. Como ya habíamos analizado en la introducción, las tensiones ejercidas durante el proceso de solidificación ultrarrápida determinan en gran medida el comportamiento y la estructura magnética del material precursor amorfo. En nuestros sistemas bifásicos, tenemos una fuente adicional de tensiones internas inducidas por la presencia de la capa externa y generadas durante el proceso de electrodeposición. Por otro lado y no menos importantes, tenemos las tensiones inducidas por cambios de temperatura, cuyo origen reside en los diferentes coeficientes de expansión térmica entre las capas magnéticas y el resto de capas, principalmente el vidrio.

En esta sección, el análisis de las interacciones magnetoelásticas generadas por la presencia de la capa externa o por cambios de temperatura se ha realizado mediante la

medida del ciclo de histéresis a campo bajo, en donde la imanación de la fase dura permanece constante contribuyendo únicamente al ciclo de histéresis la imanación de la fase blanda. Además, para evitar que los efectos magnetostáticos lleven a incorrectas interpretaciones, el ciclo a campo bajo ha sido medido con la fase dura desimanada. El proceso de medida se esquematiza en la figura 4.20: inicialmente, el microhilo multicapa tal y como se obtiene por fabricación debería presentar la fase dura desimanada, sin embargo puede presentar una imanación neta, siendo conveniente desimanar dicha fase de modo artificial. El proceso de desimanación se especifica en la figura 4.20a: (1) primeramente aplicamos un campo magnético positivo, lo suficientemente elevado para saturar la fase dura, (2) a continuación aplicamos un campo negativo de valor igual al valor del campo coercitivo de la fase dura ($H_{c,CoNi}$) calculado previamente del ciclo de histéresis a campo alto, (3) por último se mide el ciclo de histéresis a campo bajo, zoom mostrado en la figura 4.20b. Si nos fijamos en la figura 4.20a, podemos reseñar que el valor de $H_{c,CoNi}$, en el caso del ciclo de histéresis a campo alto para el sistema bifásico, se obtiene para el valor de campo en $m = -m_{s,CoFe}$. El proceso de desimanación se puede hacer también de modo opuesto, saturando con campo negativo alto y desimanando a campo positivo de valor $H_{c,CoNi}$ ¹.

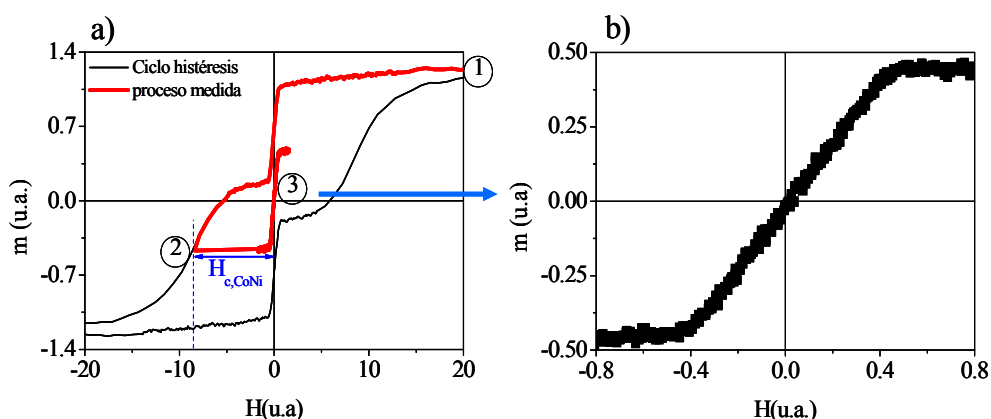


Fig. 4.20.- a) Proceso de medida del efecto magnetoelástico: desimanación de la fase dura y ciclo de histéresis a campo bajo. (b) Zoom del ciclo de histéresis a campo bajo.

4.2.1 Tensiones inducidas por electrodeposición

Las tensiones internas inducidas en el núcleo durante el proceso de electrodeposición solamente modifican apreciablemente su estructura magnética en los microhilos multicapas CoFe/CoNi y Fe/CoNi, quedando los otros tres sistemas bifásicos (cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi, hilo bicapa CoFe/CoNi y microhilo multicapa FePt/FeNi) invariables a dichas interacciones magnetoelásticas. Este hecho puede deberse a varios motivos:

- La presencia de la capa intermedia de vidrio tiene un efecto multiplicador de tensiones en el núcleo durante la electrodeposición a una $T=40$ °C.
- En el caso de la cinta tricapa, su geometría plana le confiere al núcleo una estructura magnética de multidominios muy diferente a la de los hilos, los cuales no se ven afectados por las tensiones.

¹ Usualmente el proceso de desimanación es más complejo [OHA1975].

-En el hilo bicapa CoFe/CoNi, además de la ausencia de capa aislante de vidrio, debemos tener en cuenta el diámetro de su núcleo, $120\ \mu\text{m}$, mucho mayor que en los microhilos multicapas, $10\text{-}20\ \mu\text{m}$. Si las tensiones creadas durante la electrodeposición solo afectan a una zona superficial del núcleo de varias micras de espesor, el efecto va ser prácticamente enmascarado por el resto del volumen del núcleo.

-Por último, el microhilo multicapa con configuración magnética opuesta, núcleo duro de FePt y capa externa blanda de FeNi, no experimenta ninguna modificación magnética durante la electrodeposición de la capa externa, lo cual se debe a que el comportamiento magnético del núcleo FePt está gobernado por la fuerte anisotropía magnetocristalina correspondiente a la fase $L1_0$.

4.2.1.1 Microhilo multicapa CoFe/CoNi [TORR2007A, TORR2009A]

los ciclos de histéresis a campo bajo de los microhilos multicapas CoFe/CoNi ($l_{\text{CoFe}}=l_{\text{CoNi}}=6\ \text{mm}$) con la fase dura desimanada y diferente valor de su espesor se presentan en la figura 4.21. Lo primero que hay que reseñar es que todas las curvas de imanación, a excepción de $t_{\text{CoNi}}=11\ \mu\text{m}$, correspondientes al núcleo blando de CoFeSiB están totalmente centradas en el eje del campo magnético y presentan un comportamiento simétrico (a excepción de grandes t_{CoNi}), por lo que podemos asegurar que la fase dura está desimanada y los efectos magnetostáticos no influyen en la medida. A espesores mayores de $8\ \mu\text{m}$ se empieza a perder la simetría, hecho que se debe a que es difícil mantener totalmente desimanada la fase dura durante todo el proceso de medida a campo bajo por el notable incremento de su susceptibilidad inicial. El incremento del espesor de la fase dura produce un aumento de la susceptibilidad, más notable a partir de $6\ \mu\text{m}$, y en paralelo una disminución del campo de anisotropía circular del núcleo, H_k , figura 4.22

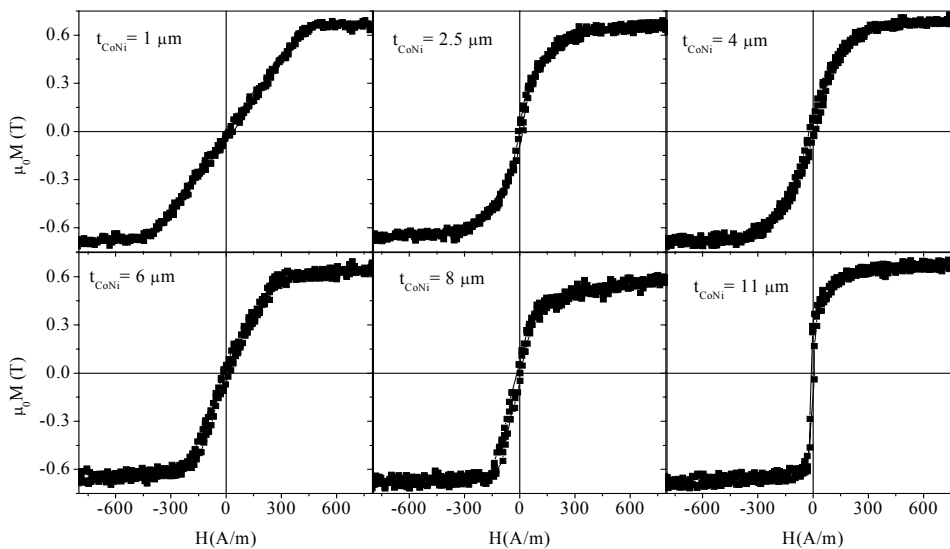


Fig. 4.21.- Ciclos de histéresis a campo bajo de microhilos multicapas CoFe/CoNi para diferentes espesores de la capa externa de CoNi desimanada.

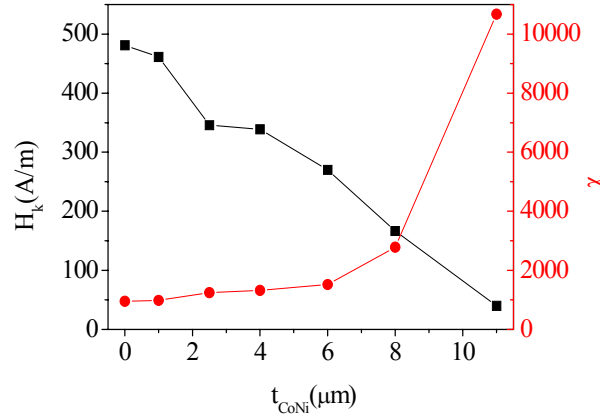


Fig. 4.22.- Dependencia del campo de anisotropía circular y susceptibilidad magnética del núcleo en función del espesor de la capa externa de CoNi.

El valor de las tensiones internas inducidas durante el proceso de electrodeposición se pueden estimar teniendo en cuenta la energía magnetoelástica. En el caso de microhilos recubiertos con capa de vidrio (sin capa magnética externa), la energía magnetolástica queda definida según la ecuación (4.4) [USO1998]:

$$E_k = -\frac{3}{2} \lambda_s \sigma_r = -\frac{3}{2} \lambda_s (\sigma_{rr} u_r^2 + \sigma_{\phi\phi} u_\phi^2 + \sigma_{zz} u_z^2) \quad (4.4)$$

donde λ_s es la constante de magnetostricción; σ_r son las tensiones residuales generadas durante el proceso de solidificación ultrarrápida, y las podemos descomponer en sus diferentes componentes radial (σ_{rr}), circular ($\sigma_{\phi\phi}$) y axial (σ_{zz}) siendo u_r , u_ϕ y u_z los vectores directores de la imanación. Como ya se comentó anteriormente, los microhilos con magnetostricción negativa obtenidos por solidificación ultrarrápida presentan una configuración magnética caracterizada por una parte interna con dominios axiales y una cubierta externa con dominios circulares. Así, la diferencia de energía magnetoelástica entre los dos estados magnéticos se puede expresar según la ecuación (4.5):

$$\Delta E_k = -\frac{3}{2} \lambda_s (\sigma_{zz} - \sigma_{\phi\phi}) \quad (4.5)$$

Teniendo en cuenta el típico ciclo de histeresis para microhilos CoFe (ciclo tumbado y anhisterético), figura 4.10a, la diferencia de energía magnetoelástica puede ser también definida en términos del campo de anisotropía circular:

$$\Delta E_k = \frac{1}{2} \mu_0 M_s H_k \quad (4.6)$$

Combinando las ecuaciones (4.5) y (4.6), obtenemos una ecuación que nos relaciona el campo de anisotropía circular (calculada experimentalmente) con las tensiones internas inducidas durante el proceso de solidificación ultrarrápida, $\sigma_r = (\sigma_{zz} - \sigma_{\phi\phi})$:

$$H_k = -\frac{3\lambda_s (\sigma_{zz} - \sigma_{\phi\phi})}{\mu_0 M_s} \quad (4.7)$$

En el caso de los microhilos multicapas, donde tenemos que considerar las tensiones internas inducidas durante el proceso de electrodeposición, σ_{CoNi} , el campo de anisotropía circular efectivo queda definido como:

$$H_k = -\frac{3\lambda_s(\sigma_{zz} - \sigma_{\phi\phi} - \sigma_{CoNi})}{\mu_0 M_s} \quad (4.8)$$

Despejando las ecuaciones (4.7) y (4.8) obtenemos una expresión para σ_{CoNi} :

$$\sigma_{CoNi} = -\frac{\mu_0 M_s (H_{k0} - H_k)}{3\lambda_s} \quad (4.9)$$

siendo H_{k0} el campo de anisotropía circular en el caso de un microhilo sin capa magnética externa. Introduciendo en la ecuación (4.9) los valores $\mu_0 M_s = 0.7 \text{ T}$, $\lambda_s = -3 \cdot 10^{-7}$ y $H_{k0} = 480 \text{ A/m}$, junto con los valores experimentales de H_k (calculados de la figura 4.22), obtenemos la dependencia de σ_{CoNi} en función del espesor de la fase dura, figura 4.23. Podemos observar como dichas tensiones internas aumentan casi linealmente con t_{CoNi} .

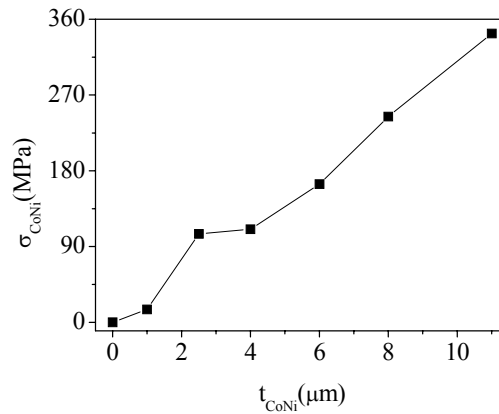


Fig. 4.23.- Tensiones internas inducidas en el núcleo de CoFe por la presencia de la capa externa de CoNi en función de su espesor.

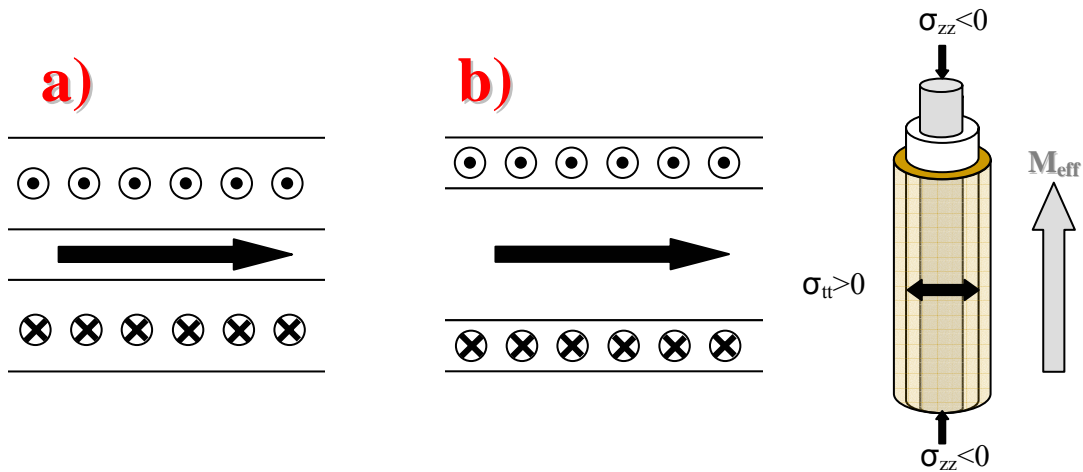


Fig. 4.24.- Esquema de la estructura magnética del núcleo de CoFe: a) sin capa externa de CoNi, $\sigma_{CoNi}=0$, y b) con capa externa de CoNi.

Finalmente podemos concluir, que la presencia de la capa externa induce una anisotropía axial en el núcleo, a consecuencia de las tensiones internas generadas durante el proceso de electrodeposición. Acorde con el valor negativo de la magnetostricción, las tensiones inducidas son axiales de compresión ó transversales de tracción. Lo cual se traduce en una reducción (aumento) del volumen magnético de la parte del núcleo con imanación circular (axial), figura 4.24.

4.2.1.2 Microhilo multicapa Fe/CoNi [GAB2008, TORR2008B, INF2008]

La evolución de los ciclos de histéresis a campo bajo del microhilo multicapa Fe/CoNi ($l_{CoFe}=l_{CoNi}=6\text{ mm}$) con la fase dura desimanada y en función de su espesor se muestran en la figura 4.25. Se observa perfectamente como a medida que aumenta el t_{CoNi} , el volumen del núcleo que se invierte por propagación de una única pared va decreciendo con el consiguiente crecimiento de una región que se invierte por rotación. La dependencia del campo switching, H_{sw} , con el espesor de la fase dura se presenta en la figura 4.26: inicialmente el H_{sw} incrementa ligeramente con t_{CoNi} , experimentando después un progresivo decrecimiento hasta llegar a un espesor límite, $4.5\text{ }\mu\text{m}$, donde desaparece la biestabilidad en el núcleo, y se produce un cambio en la anisotropía magnética del núcleo: de axial a circular. A mayores espesores, la coercitividad se reduce a cero, y la susceptibilidad experimenta un fuerte decrecimiento, presentando una susceptibilidad menor de 250 para $11\text{ }\mu\text{m}$. La fracción de volumen axial, $(M_r/M_s)^2$, sigue el mismo comportamiento con t_{CoNi} que el H_{sw} .

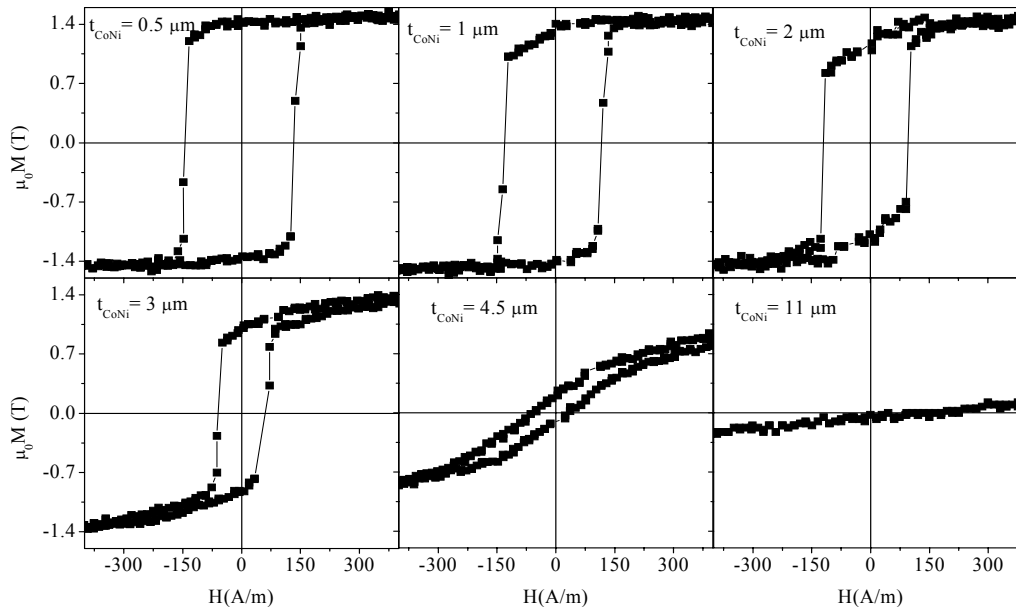


Fig. 4.25.- Ciclos de histéresis a campo bajo de microhilos multicapas Fe/CoNi para diferentes espesores de la capa externa de CoNi desimanada.

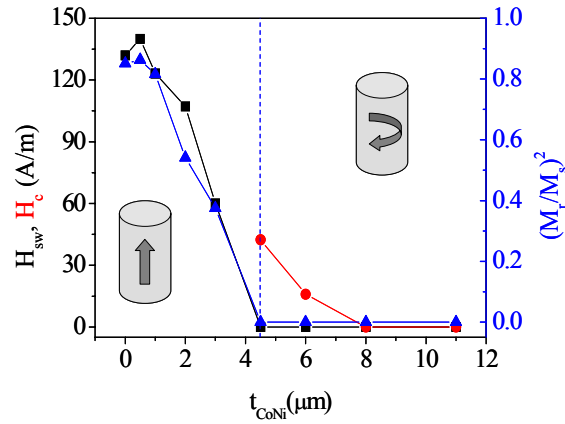


Fig. 4.26.- Evolución del campo switching, coercitividad y cociente $(M_r/M_s)^2$ con el espesor de la fase dura.

Al igual que en el caso del MM de CoFe/CoNi, se pueden estimar las tensiones inducidas en el núcleo de FeSiB durante el proceso de electrodeposición de la capa externa. El campo de inversión H_{sw} proveniente de la interacción magnetoelástica es proporcional a la energía de la pared, E_γ , que a su vez es proporcional a $K^{1/2}$, constante magnetoelástica [ARA1998,GAR2006]. En el caso de los MM CoFe/CoNi, la relación entre las tensiones inducidas por electrodeposición y el H_{sw} viene dada por la ecuación (4.10)².

$$H_{sw} = \gamma(\sigma_r - \sigma_{CoNi})^{1/2} \quad (4.10)$$

Siendo γ un término que tiene en cuenta la energía almacenada en la pared de dominio así como su superficie, según la ecuación (4.11) [GAR2006]:

$$\gamma = \frac{\alpha_i \xi}{\mu_0 M_s V^{1/3}} \left(\frac{3}{2} A \lambda_s \right)^{1/2} \quad (4.11)$$

Donde α_i considera inhomogeneidades locales de la anisotropía, ξ es un parámetro que depende de la forma de la pared, A es la constante de canje y V es el volumen del dominio de cierre: $V \sim l_{crit} \pi r^2 / 2$, donde l_{crit} es la longitud crítica del dominio de cierre (2-5 mm) y r es el radio del núcleo (6 μm). Para nuestros cálculos $\xi=4$ (Asumiendo una pared de 180°), $\mu_0 M_s = 1.55$ T, $A = 10^{-11}$ J/m y $\lambda_s = 3 \cdot 10^{-5}$. Sin embargo los parámetros V y α_i son difíciles de tabular y varían considerablemente de una muestra a otra; incluso α_i puede variar en cada trozo de muestra, que contiene su propia distribución de defectos, perteneciente a un mismo microhilo. Con lo cual, la estimación del valor de γ , la hemos realizado experimentalmente mediante la ecuación (4.10) para el caso del microhilo sin capa magnética externa ($\sigma_{CoNi}=0$):

$$\gamma = \frac{H_{sw0}}{(\sigma_r)^{1/2}} \quad (4.12)$$

² Esta ecuación solo es válida en la biestabilidad. Hemos despreciado el campo desimanador.

Las tensiones residuales en los microhilos FeSiB, que poseen una parte interna con imanación axial y una parte externa con imanación radial, puede ser expresada como³:

$$\sigma_r = \sigma_{zz} - \sigma_{rr} \quad (4.13)$$

Las diferentes componentes del tensor tensión durante el proceso solidificación ultrarrápida en GCM pueden calcularse usando las expresiones dadas por Baranov, ecuación (4.14) [BARA1989]:

$$\begin{aligned} \sigma_{rr} = \sigma_{\phi\phi} &= \frac{3E_r S_r}{(E_r + 3)S_r + 4} \varepsilon E_m \\ \sigma_{zz} &= \frac{(E_r + 1)S_r + 2}{E_r S_r + 1} \sigma_{rr} \end{aligned} \quad (4.14)$$

Donde $E_r = E_g/E_n$, siendo E_g y E_n los respectivos modulos de Young del vidrio y del núcleo magnético; $S_r = S_g/S_n$, con S_g y S_n la secciones transversales del vidrio y del núcleo; y $\varepsilon = (\alpha_g - \alpha_n)/(T_g - T_{RT})$, denotando α_g y α_n como los coeficientes de expansión térmica del vidrio y del núcleo y T_g y T_{RT} como la temperatura de solidificación y temperatura ambiente, respectivamente. Para nuestro microhilo FeSiB ($E_g = 10^{11} \text{ N/m}^2$, $E_n = 1.5 \text{ N/m}^2$, $\alpha_g = 3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ y $\alpha_n = 12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $T_g = 1000 \text{ K}$ y $T_{RT} = 300 \text{ K}$) obtenemos $\sigma_r = 394 \text{ MPa}$ y $\gamma = 6.65 \cdot 10^{-3} \text{ Am}^{-1} \text{ Pa}^{-1/2}$. La estimación de las tensiones inducidas por la presencia de la capa de CoNi se obtiene a partir de (4.15):

$$\sigma_{CoNi} = \frac{H_{sw0}^2 - H_{sw}^2}{\gamma^2} \quad (4.15)$$

Siendo H_{sw0} el campo switching del microhilo sin capa magnética externa. La dependencia de las tensiones inducidas por la presencia de la capa externa con su espesor se observa en la figura 4.27.

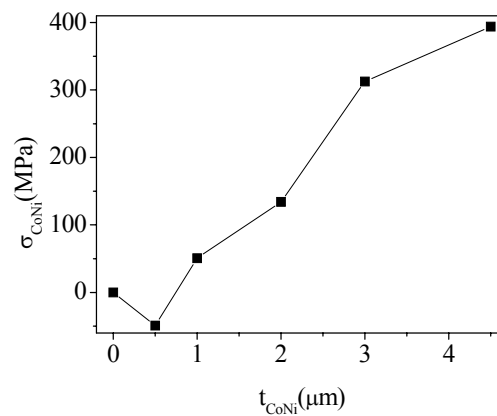


Fig. 4.27.- Tensiones internas inducidas en el núcleo de FeSiB por la presencia de la capa externa de CoNi en función de su espesor.

³ Para el cálculo de las tensiones residuales usamos el mismo concepto de energía magnetoelástica que en la ecuación (4.5), pero en este caso debemos considerar la componente radial en lugar de la circular.

A la vista de los resultados experimentales, se puede concluir que en los microhilos multicapas Fe/CoNi, la presencia de la capa externa induce una anisotropía circular en el núcleo. El microhilo sin capa externa presenta un núcleo magnético que está constituido en su 90-95% de volumen por un único dominio axial en su parte interna que se invierte por propagación de una única pared de dominio y un 5-10 % por dominios radiales en su parte externa [CHIR1997A]. Con la deposición de la capa externa, se observa que a espesores muy pequeños H_{sw} experimenta un ligero aumento, al igual que el volumen con imanación axial. Según vamos aumentando el espesor se produce la reducción tanto del H_{sw} como del volumen magnético de la parte con imanación axial, lo cual sugiere que la desaparición de los dominios radiales y el crecimiento de una región con imanación circular, figura 4.28. Acorde con el valor positivo de magnetostricción las tensiones inducidas son de tipo axial de compresión y/o transversal de tracción, al igual que en la familia CoFe/CoNi, como era de esperar. A partir de $t_{CoNi} = 4.5 \mu m$ el núcleo de FeSiB pierde su biestabilidad, presentando una estructura formada prácticamente por dominios circulares en todo su volumen, como muestra figura 4.28.

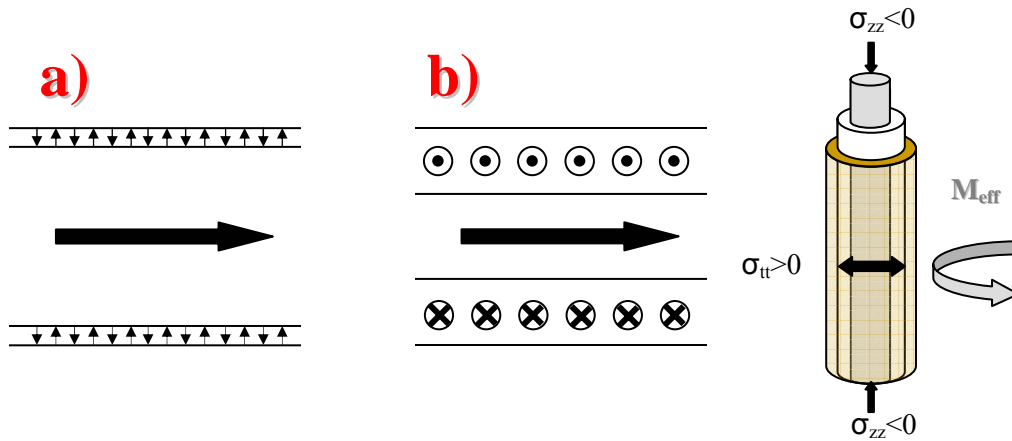


Fig. 4.28.- Esquema de la estructura magnética del núcleo de FeSiB: a) sin capa externa de CoNi, $\sigma_{CoNi}=0$, y b) con capa externa de CoNi.

Debemos comentar, que si comparamos la figura 4.27 con la figura 4.23, podemos observar que aunque cualitativamente el comportamiento de σ_{CoNi} es el mismo, desde el punto de vista cuantitativo las tensiones en el núcleo de FeSiB son mayores que en el caso del núcleo de CoFeNiSiBMo. Esta diferencia se debe a las diferentes dimensiones que presentan los MM CoFe/CoNi y Fe/CoNi y a la magnetostricción de sus respectivos núcleos.

Otro punto a tener en cuenta en los cálculos de la figura 4.27, es el hecho de que hemos considerado el volumen del dominio de cierre constante con t_{CoNi} , lo cual no es del todo correcto.

4.2.2 Tensiones inducidas por temperatura

Al igual que en el apartado anterior, las tensiones inducidas en el núcleo por cambios de temperatura son únicamente notables en el caso en que una capa de vidrio recubre dicho núcleo, microhilos multicapas. Lo cual es debido principalmente a que el coeficiente de expansión térmico difiere mucho entre un metal magnético y un material aislante de vidrio: así, mientras que el valor del coeficiente térmico para todas las capas

magnéticas (CoFeSiB, FeSiB, CoNi, FeNi...) presenta un valor entorno a 12 *ppm*, el vidrio tiene un valor cuatro veces menor, 3 *ppm*.

4.2.2.1 Microhilo multicapa CoFe/CoNi [TORR2007A, TORR2009B]

El comportamiento del ciclo de histeresis en función de la temperatura, en el rango entre 5-400 K ($l_{CoFe}=l_{CoNi}=1\text{ cm}$), para MM CoFe/CoNi con diferente t_{CoNi} , 1-11 μm , se muestra en la figura 4.29. En primer lugar, se observa que en todo el rango de t_{CoNi} , el aumento de la temperatura provoca una disminución de su imanación de saturación, así como de su campo de anisotropía circular, con el consiguiente aumento de la susceptibilidad. La evolución de la imanación de saturación con la temperatura, figura 4.30a, es un efecto intrínseco típico de los materiales ferromagnéticos: La saturación va disminuyendo según va incrementando la temperatura acorde la ley de Bloch, la cual solo es válida a bajas temperaturas [HER1987].

$$\Delta M_s(T) \approx CT^{\frac{3}{2}} \quad (4.16)$$

El valor de la saturación se reduce a cero para una cierta temperatura crítica denominada temperatura de Curie (T_c), punto en el cual se produce la transición de fase ferromagnética a paramagnética. A temperaturas próximas a la temperatura de Curie, la imanación de saturación sigue otra dependencia [JON1974]:

$$M_s(T) \approx (T_c - T)^{\beta_1} \quad (4.17)$$

Siendo β_1 un exponente crítico que toma un valor típico para aleaciones amorfas de 0.35. Para aleaciones amorfas de CoFe la temperatura de Curie se da entorno a 600 K.

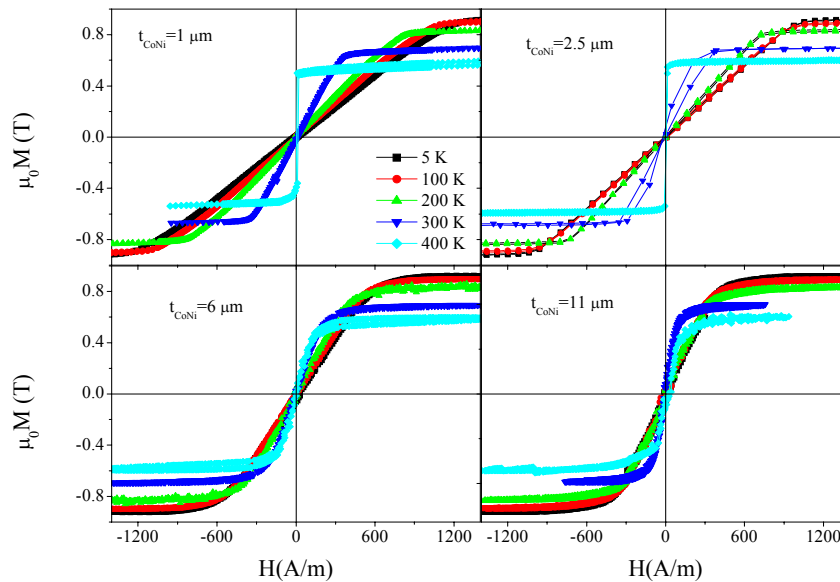


Fig. 4.29.- Ciclos de histeresis en función de la temperatura para microhilos multicapas CoFe/CoNi para diferentes t_{CoNi} seleccionados.

Por otro lado, en la figura 4.30b podemos observar la disminución de H_k con la temperatura para diferentes valores de t_{CoNi} . A 400 K, todas las curvas presentan un H_k próximo o igual a cero, produciéndose un cambio de eje fácil de imanación: de circular a axial. A cada temperatura constante, en el rango entre 5-300 K, se puede apreciar que H_k disminuye a medida que aumenta t_{CoNi} , lo cual es coherente con resultados experimentales obtenidos anteriormente en las figuras 4.21 y 4.22, y se debe como ya se comentó a las tensiones internas inducidas durante la electrodeposición. A 400 K, se obtiene un comportamiento anómalo con el espesor de la fase dura, así a espesores pequeños H_k es prácticamente cero, mientras que a partir de un cierto espesor, 4 μm , experimenta un ligero crecimiento. Este comportamiento puede ser atribuido a algún cambio en la estructura magnética en el núcleo de CoFe a dicha temperatura.

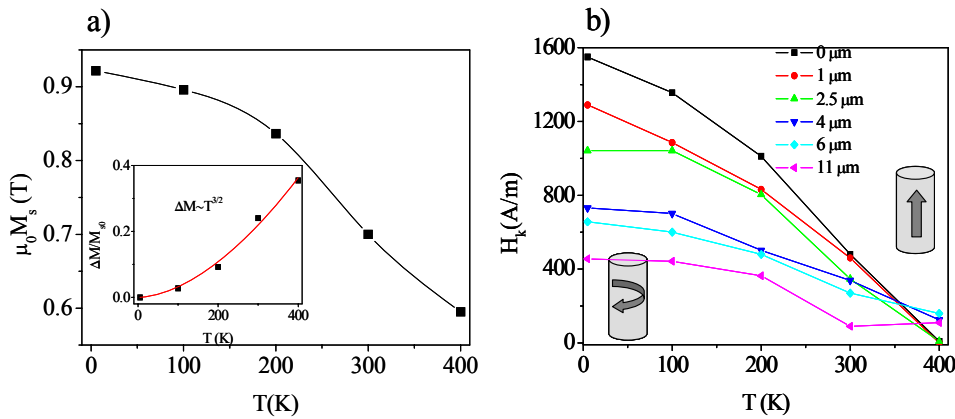


Fig. 4.30.- (a) Dependencia de la imanación de saturación y (b) campo de anisotropía circular con la temperatura.

Para la estimación de las tensiones inducidas por temperatura podemos hacer uso nuevamente de la ecuación (4.9), teniendo en cuenta para este caso que la saturación y la magnetostricción dependen de la temperatura. Las tensiones inducidas por cambios de temperatura, σ_{th} , viene dado por la ecuación (4.18):

$$\sigma_{th} = \frac{\mu_0}{3} \left[\frac{M_{s0} H_{k0}}{\lambda_{s0}} - \frac{M_s(T) H_k(T)}{\lambda_s(T)} \right] \quad (4.18)$$

Donde hemos denotado M_{s0} , λ_{s0} y H_{k0} como la saturación, magnetostricción y el campo de anisotropía circular a 5 K.

Es bien conocido por la bibliografía que la dependencia de la magnetostricción con la temperatura sigue una ley de escala según la ecuación (4.19) [HER1984,MAD1984]:

$$\lambda_s = k M_s^\nu \quad (4.19)$$

Donde k y ν son constantes, y este último parámetro contiene la información del origen del mecanismo de la magnetostricción. Así para aleaciones de Fe, ν toma el valor 3 y para las de Co el valor 2. En general la magnetostricción puede ser expresada según la ecuación 4.20:

$$\lambda_s = \alpha(x)M_s^3 + \beta(x)M_s^2 \quad (4.20)$$

Siendo α y β los pesos relativos de las contribuciones “ion single” y “two ion”, respectivamente, las cuales dependen de la composición relativa de la aleación $\text{Co}_{(1-x)}\text{Fe}_x$ según:

$$\begin{aligned} \alpha &= a_0 + a_1 x \\ \beta &= b_0 x + b_1 x^2 \end{aligned} \quad (4.21)$$

Donde a_0 , a_1 , b_0 y b_1 son coeficientes característicos del rango de composición estudiado. Para aleaciones de CoFe con bajo contenido en Fe, α y β tienen signo opuesto y se compensan, de ahí el bajo valor de magnetostricción para estas aleaciones. Los pesos relativos para aleaciones amorfas y baja magnetostricción han sido analizados anteriormente [MAD1984, HER1984] y sus rangos de valores típicos son: $\alpha = -4 \cdot 10^{-6} / -6 \cdot 10^{-6} T^{-3}$ y $\beta = 2 \cdot 10^{-6} / 4 \cdot 10^{-6} T^{-2}$. Sin embargo, resulta difícil saber cual son los valores adecuados para nuestra aleación y además pequeños cambios en los pesos relativos dan notables cambios de magnetostricción (sobre todo en el rango entre 300 y 400 K) y por consiguiente modifican considerablemente las tensiones termoelásticas. Por lo tanto hemos considerado oportuno, realizar las estimaciones de σ_{th} considerando una magnetostricción constante, $\lambda_s = -3 \cdot 10^{-7}$. Dicha aproximación será razonable a bajas temperaturas donde la magnetostricción se mantiene prácticamente constante.

Paralelamente al cálculo obtenido de 4.18 (para constante $\lambda_s = -3 \cdot 10^{-7}$) y asumiendo que la mayoría de las tensiones internas generadas por temperatura son inducidas por el vidrio, también podemos estimar las tensiones usando el modelo teórico de Baranov [BAR1989] de la dependencia del tensor tensión con la temperatura, introducido previamente en las ecuaciones 4.14. La dependencia con la temperatura se encuentra en el término $\varepsilon = (\alpha_g - \alpha_n)(T_0 - T)$, siendo $T_0 = 5 \text{ K}$ la temperatura mínima. Este método no tiene en cuenta la capa externa dura, con lo cual vamos a tener el mismo valor de tensiones inducidas térmicamente independientemente del valor de t_{CoNi} , lo cual no se ajusta del todo a la realidad. Usando los mismos anteriores valores de módulos de Young y coeficientes de expansión térmica obtenemos los siguientes valores de tensión para las diferentes componentes.

$$\begin{aligned} \sigma_{\phi\phi}(T) &= 0.4(T - T_0) \text{ MPa} \\ \sigma_{zz}(T) &= 0.94(T - T_0) \text{ MPa} \\ (\sigma_{zz}(T) - \sigma_{\phi\phi}(T)) &= 0.54(T - T_0) \text{ MPa} \end{aligned} \quad (4.22)$$

En la figura 4.31 se representa el valor de las tensiones inducidas térmicamente para diferentes valores de t_{CoNi} usando la ecuación (4.18), σ_{th} , con los datos experimentales del campo de anisotropía circular e imanación de saturación. Todas las curvas presentan un incremento progresivo de σ_{th} con la temperatura. También hemos pintado en línea discontinua las tensiones estimadas por el modelo de Baranov, $\sigma_{zz}(T) - \sigma_{\phi\phi}(T)$. Ambos modelos solo se ajustan bien, a bajas temperaturas y grandes espesores. Notar que σ_{th} presenta valores excesivos, casi para romper el microhilo; sin embargo para hacer una correcta interpretación debemos recordar que hemos considerado que la magnetostricción es constante. En realidad, λ_s disminuye con la temperatura, con lo que las tensiones de la figura 4.31 deben ser inferiores.

Finalmente, se puede concluir que el núcleo intenta dilatarse en volumen con el aumento de la temperatura, sin embargo la presencia de la capa de vidrio se lo impide, induciendo tensiones de compresión que serán principalmente de tipo axial acorde con la reducción de H_k . Es decir, a medida que vamos aumentando la temperatura, el volumen del núcleo con imanación circular disminuye mientras que el volumen con imanación axial aumenta. Así, desde el punto de vista magnetoelástico, tenemos el mismo efecto sobre el núcleo tanto si aumentamos la temperatura como si depositamos un mayor espesor de capa externa de CoNi. Para la temperatura tendríamos el mismo esquema que la figura 4.28, sin más que sustituir temperaturas bajas por pequeños t_{CoNi} y viceversa.

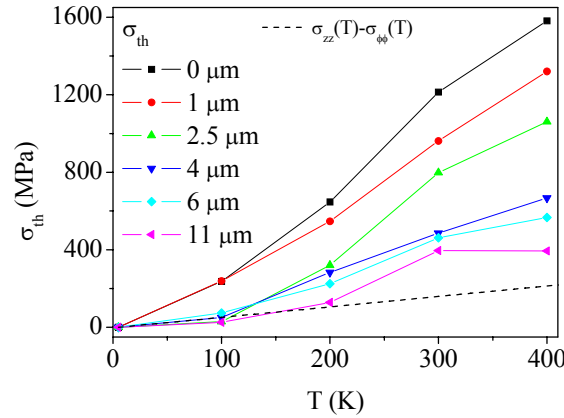


Fig. 4.31.-Estimación de las tensiones termoelásticas inducidas en el núcleo de CoFe mediante la ecuación (4.18) para diferentes valores t_{CoNi} en comparación con el modelo de Baranov, $\sigma_{zz}(T) - \sigma_{\Phi\Phi}(T)$.

4.2.2.2 Microhilo multicapa Fe/CoNi [TORR2009B]

El estudio de los microhilos multicapas Fe/CoNi con la temperatura, en el rango entre 5 y 400 K ($l_{CoFe} = l_{CoNi} = 1$ cm), se presenta en las figuras 4.32, ciclos de histéresis, y 4.33, dependencia de la saturación y campo switching. Podemos observar dos comportamientos diferenciados según el espesor de la fase dura.

- Para $t_{CoNi} < 2$ μm , el H_{sw} disminuye progresivamente con el aumento de la temperatura. Las tensiones termoelásticas producen además una reducción del volumen magnético de la parte del núcleo que se invierte por propagación de pared, imanación de remanencia ($\mu_0 M_r$). Aunque, hay que reseñar que parte de dicha disminución se debe también al comportamiento clásico de la imanación de saturación con la temperatura, figura 4.32, que a bajas temperaturas sigue la ley de Bloch, ecuación (4.16), donde la $T_c = 700$ K para aleaciones de FeSiB.
- Para $t_{CoNi} > 2$ μm , el H_{sw} incrementa con la temperatura. En este caso, las tensiones termoelásticas producen un fuerte incremento del volumen magnético de la zona que se invierte por propagación de pared, $\mu_0 M_r$. Sin embargo, la imanación de saturación ($\mu_0 M_s$) de dichas muestras siguen el comportamiento clásico marcado por la ecuación (4.16).

En la interfase, $t_{CoNi} = 2$ μm , el H_{sw} no presenta un comportamiento bien definido con la temperatura, creciendo a bajos valores y permaneciendo constante a altos.

Si nos fijamos en la figura 4.33b para los diferentes valores de t_{CoNi} a cada temperatura constante, podemos observar una reducción del H_{sw} según aumentamos

t_{CoNi} para temperaturas bajas, dicha evolución ya había sido observado a temperatura ambiente en el apartado 4.2.1.2 (figura 4.26), y un comportamiento opuesto a temperaturas altas. Hay que destacar que la dependencia de H_{sw} en función de t_{CoNi} así como sus valores a 300 K difieren del obtenido anteriormente en el apartado 4.2.1.2 a consecuencia principalmente del diferente proceso térmico de medida. En las medidas con temperatura se empieza a 5 K y se termina a 400 K. Así, en los microhilos con alta magnetostricción y cuya estructura magnética es muy sensible a los cambios por tensiones, la historia térmica de la medida influye de manera considerable.

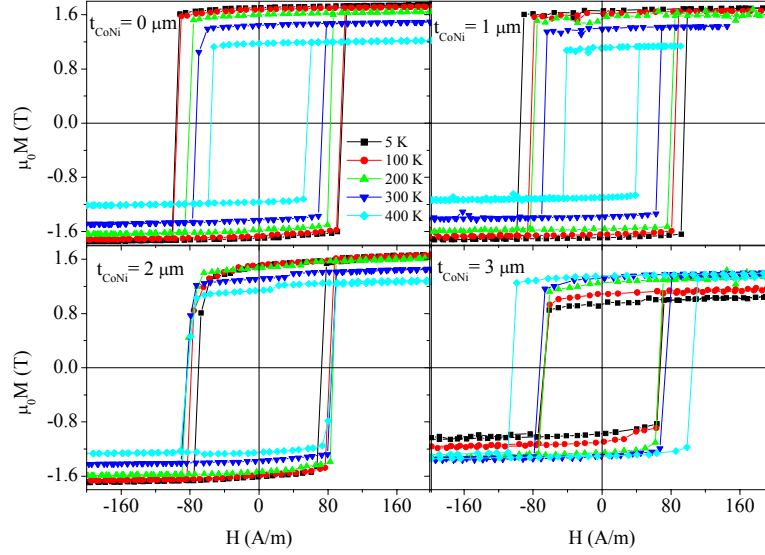


Fig. 4.32.- Ciclos de histeresis en función de la temperatura para microhilos multicapas Fe/CoNi para diferentes t_{CoNi} seleccionados.

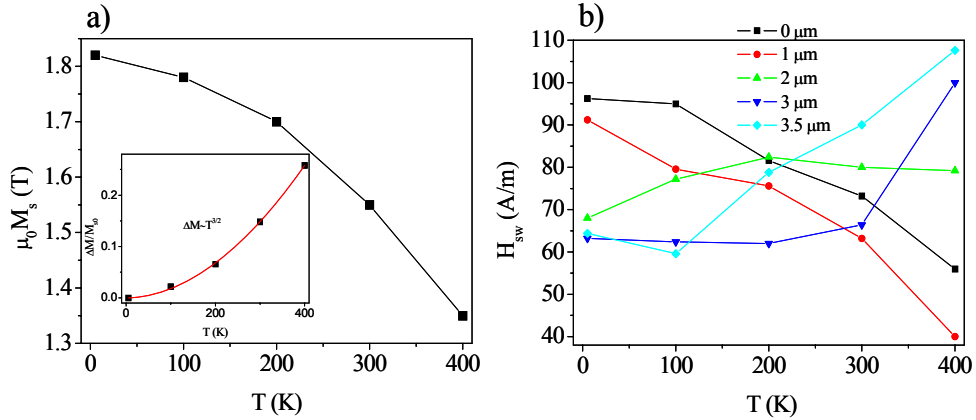


Fig. 4.33.- (a) Dependencia de la imanación de saturación y (b) campo switching con la temperatura.

Para la estimación de las tensiones, usamos la ecuación (4.15), teniendo en cuenta nuevamente que la imanación y magnetostricción de saturación depende de la temperatura:

$$\sigma_{th} = \frac{1}{\gamma_0^2} \left[\frac{(\mu_0 M_{s0} H_{sw0})^2}{\lambda_{s0}} - \frac{(\mu_0 M_s(T) H_{sw}(T))^2}{\lambda_s(T)} \right] \quad (4.23)$$

Donde γ_0 viene es definido como:

$$\gamma_0 = \frac{\alpha_i \xi}{V^{1/3}} \left(\frac{3}{2} A \right)^{1/2} = \frac{\mu_0 M_s}{\lambda_s^{1/2}} \gamma \quad (4.24)$$

y se puede estimar fácilmente usando el valor experimental de γ obtenido anteriormente. Hay que puntualizar que la constante de canje depende del tiempo y es proporcional a M_s^2 [VAR2003], sin embargo resulta complejo obtener una dependencia de A con T en valores absolutos, con lo cual hemos considerado A constante en nuestras estimaciones de las tensiones. Para el cálculo de la magnetostricción con la temperatura hemos usado la ecuación (4.20) con $\alpha = 8 \cdot 10^{-6} T^{-3}$ y $\beta = 0$.

En la figura 4.34 se muestran las tensiones termoelásticas inducidas para microhilos multicapas Fe/CoNi con diferente espesor de fase dura. Así para $t_{\text{CoNi}} < 2 \mu\text{m}$, las tensiones experimentan un progresivo aumento hacia valores positivos, mientras que para $t_{\text{CoNi}} > 2 \mu\text{m}$, el crecimiento de las tensiones es hacia valores negativos.

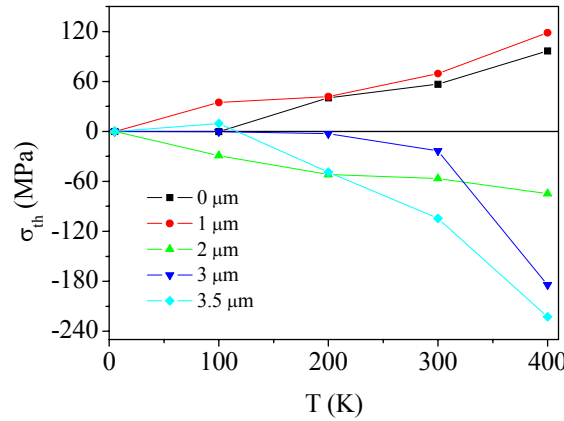


Fig. 4.34.-Estimación de las tensiones termoelásticas mediante la ecuación (4.23) para diferentes valores t_{CoNi}

Teniendo en cuenta la magnetostricción positiva del núcleo FeSiB junto con los ciclos de histéresis de la figura 4.32, un incremento de temperatura significa una inducción de tensiones de compresión a cargo de la capa de vidrio, las cuales van a ser axiales o transversales dependiendo del espesor de la fase dura.

Según el esquema de la figura 4.35:

- Para $t_{\text{CoNi}} < 2 \mu\text{m}$, el aumento de temperatura produce una disminución del volumen con imanación axial, y por lo tanto un aumento del volumen con imanación radial, es decir, inducción de una anisotropía efectiva radial. Este comportamiento es el mismo que el reportado previamente en microhilos GCM con la misma composición [VAR2003]. Teniendo en cuenta el valor positivo de la magnetostricción, las tensiones en este rango de espesores son principalmente axiales de compresión.
- Para $t_{\text{CoNi}} > 2 \mu\text{m}$, el comportamiento es totalmente el opuesto, el aumento de temperatura hace crecer el volumen con imanación axial. Una posible interpretación a este cambio de comportamiento con la temperatura radicaría en un cambio de estructura magnética en la interfase $t_{\text{CoNi}} = 2 \mu\text{m}$. El cambio de estructura consistiría en la desaparición de los dominios radiales y la formación de nuevos dominios circulares en la parte externa. En este caso las principales tensiones inducidas por la temperatura serían transversales de compresión, induciéndose una anisotropía efectiva axial.

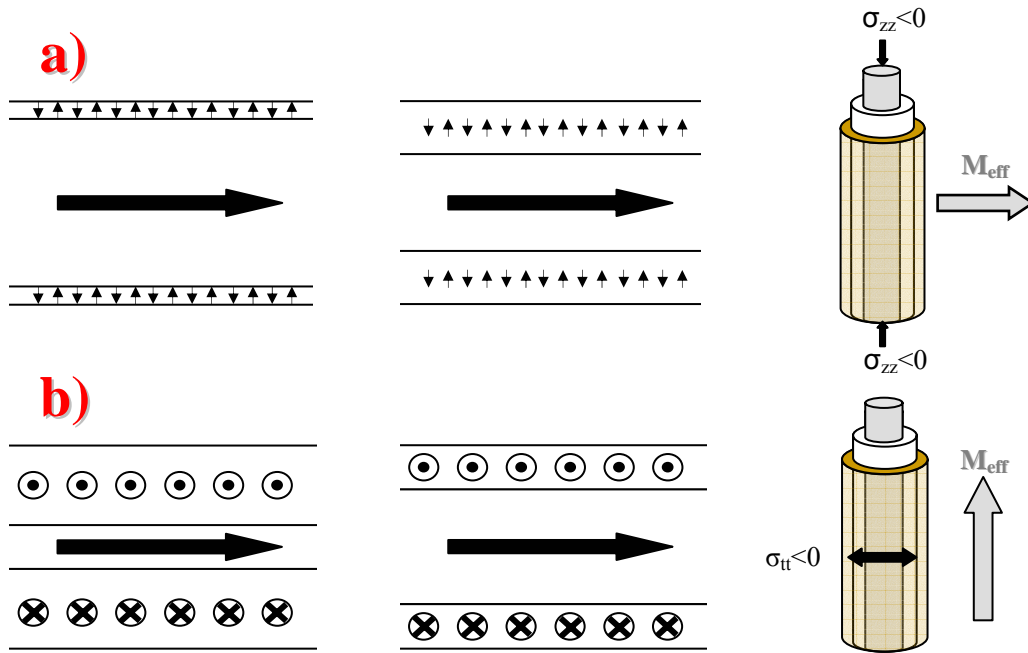


Fig. 4.35.- Esquema de la estructura magnética del núcleo FeSiB del MM Fe/CoNi bajo la acción de tensiones inducidas por el incremento de temperatura: a) $t_{\text{CoNi}} < 2 \mu\text{m}$ y b) $t_{\text{CoNi}} > 2 \mu\text{m}$.

4.2.2.3 Microhilo multicapa Cu/CoNi [TORR2009B]

La presencia del vidrio no solo induce tensiones internas en el núcleo por cambios de temperatura, sino que también en la capa externa de CoNi, modificando ligeramente su comportamiento magnético. El análisis de la fase dura de CoNi con la temperatura se ha realizado en microhilos no magnéticos de Cu recubiertos de vidrio ($\Phi_{\text{tot}} = 35 \mu\text{m}$), con similares dimensiones a los microhilos de CoFeSiB y FeSiB con vidrio, para que los resultados sean comparables.

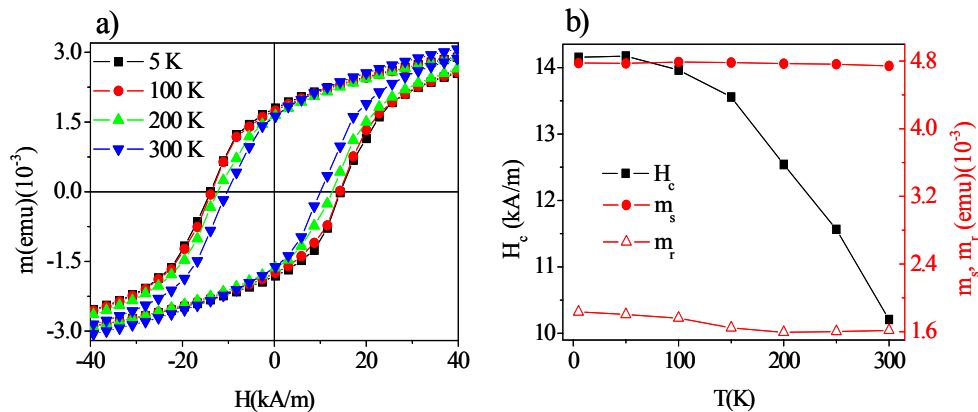


Fig. 4.36.- (a) Ciclos de histéresis del microhilo multicapa Cu/CoNi, $t_{\text{CoNi}} = 6 \mu\text{m}$, en función de la temperatura. (b) Dependencia de la coercitividad, saturación y remanencia con la temperatura.

En la figura 4.36a se observan los ciclos de histeresis del microhilo Cu/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 6 \mu\text{m}$, en el rango de temperaturas entre 5 y 300 K. Se observa un aumento de la coercitividad de la capa externa de CoNi a medida que bajamos la temperatura, figura 4.36b. La remanencia apenas experimenta un ligero decrecimiento con la temperatura, esto es el motivo por el cual el campo magnetostático externo (que será analizado

exhaustivamente en el apartado 4.3) es independiente de la temperatura [TORR2007A]. Y la saturación permanece prácticamente constante en el rango de temperatura estudiado, lo cual se debe al elevado valor de su temperatura de Curie que se encuentra por encima de los 1000 K.

4.2.2.4 Microhilo multicapa FePt/FeNi [TORR2009B]

En la familia de microhilos multicapas FePt/FeNi, la variación de temperatura es la única fuente de acoplamiento magnetoelástico. En un primer análisis, se ha estudiado el ciclo de histeresis del GCM de FePt L1₀ ($l_{FePt} = 1 \text{ cm}$) en función de la temperatura, figura 4.37a. La reducción de la temperatura produce un incremento de la coercitividad y por consiguiente un endurecimiento de la fase magnética, figura 4.37b. También se observa un ligero aumento de la remanencia y de la saturación, acorde con la ley de Bloch.

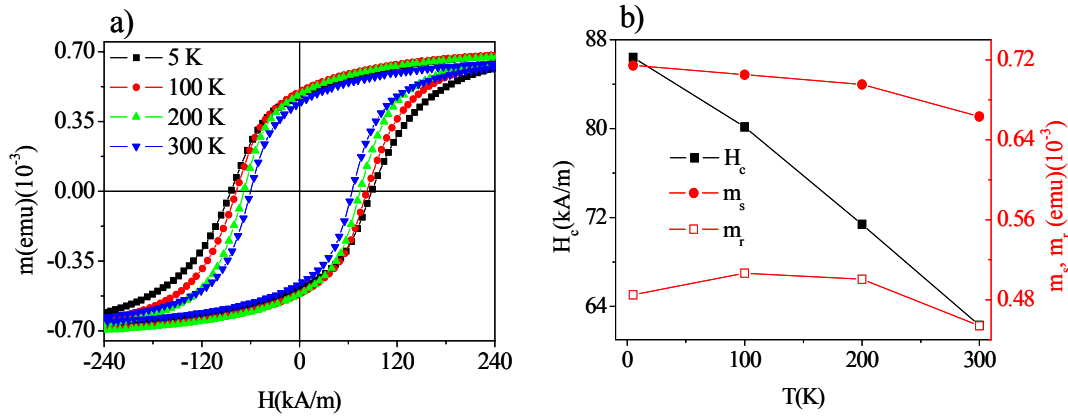


Fig. 4.37.- (a) Ciclos de histeresis del GCM de FePt L1₀, en función de la temperatura. (b) Dependencia de la coercitividad, saturación y remanencia con la temperatura.

Por otro lado, el cambio de temperatura también genera tensiones en la capa externa de FeNi, modificando su estructura magnética. En principio, en este material la anisotropía magnetocristalina está compensada con la magnetoelástica.

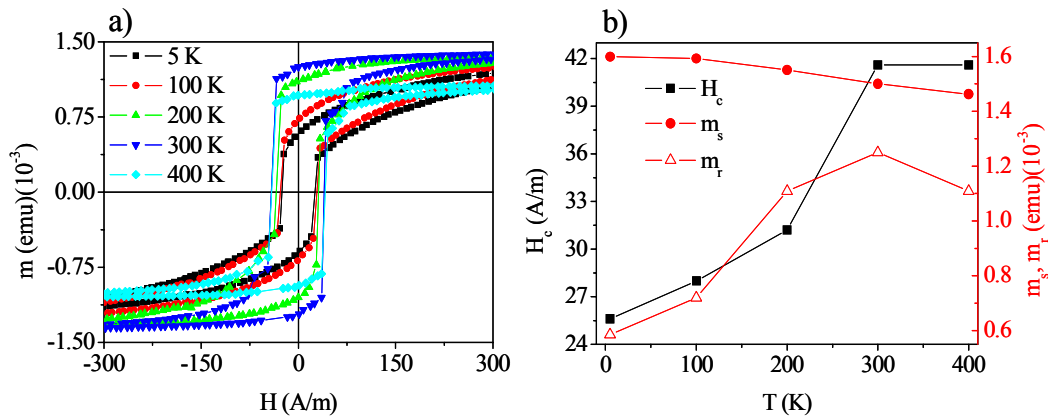


Fig. 4.38.- (a) Ciclos de histéresis de la capa externa de FeNi, $t_{FeNi} = 2 \text{ }\mu\text{m}$, en función de la temperatura. (b) Dependencia de la coercitividad, saturación y remanencia con la temperatura.

En los ciclos de histéresis de la figura 4.38a, correspondientes a una muestra con un $t_{FeNi} = 2 \text{ }\mu\text{m}$ y $l_{FeNi} = 1 \text{ cm}$, podemos diferenciar dos partes: un salto de imanación

abrupto que se invierte propagación de paredes (m_1) a campos próximos a cero, y un salto mucho más progresivo que se invierte por rotación (m_2) cuando nos aproximamos a la saturación. Con el aumento de la temperatura m_1 aumenta y m_2 disminuye. La evolución de la coercitividad, saturación y remanencia con la temperatura puede observarse en la figura 4.38b: H_c aumenta, m_s disminuye ligeramente como era de esperar y la m_r crece experimentando un ligero descenso entre 300 y 400 K

4.3 Acoplamiento magnetostático

Además del magnetoelástico, el acoplamiento que gobierna el comportamiento de la fase blanda en nuestros sistemas bifásicos es el de carácter magnetostático. El origen de este acoplamiento reside en las cargas descompensadas que se forman en los extremos de la fase dura, cuando ésta se encuentra imanada. Dichas cargas descompensadas generan un campo magnetostático externo que modifica la estructura magnética de la fase blanda.

En el estudio del acoplamiento magnetostático analizaremos el ciclo de histéresis a bajo campo con diferentes configuraciones magnéticas de la fase dura: desimanada, preimanada positivamente y negativamente en dirección axial. En las figuras 4.39 y 4.40 se indica el proceso de medida que hemos seguido en este capítulo para el análisis del acoplamiento magnetostático:

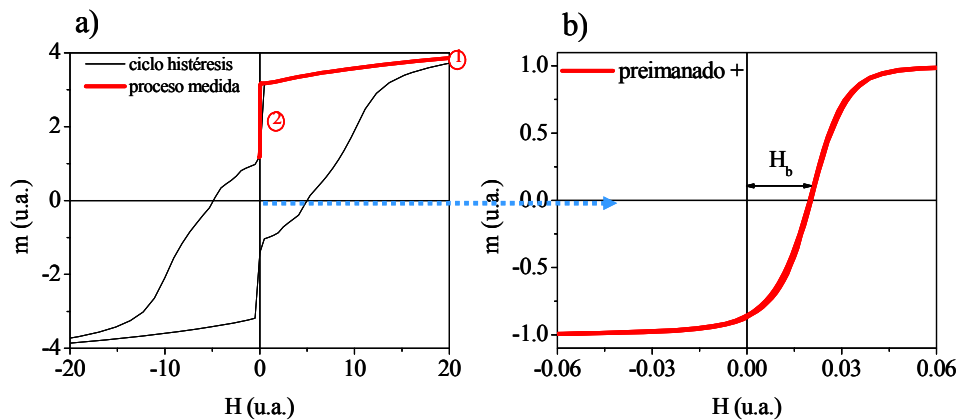


Fig. 4.39.- (a) Proceso de medida a campo bajo con la fase dura preimanada positivamente. (b) Zoom del ciclo de histéresis a campo bajo.

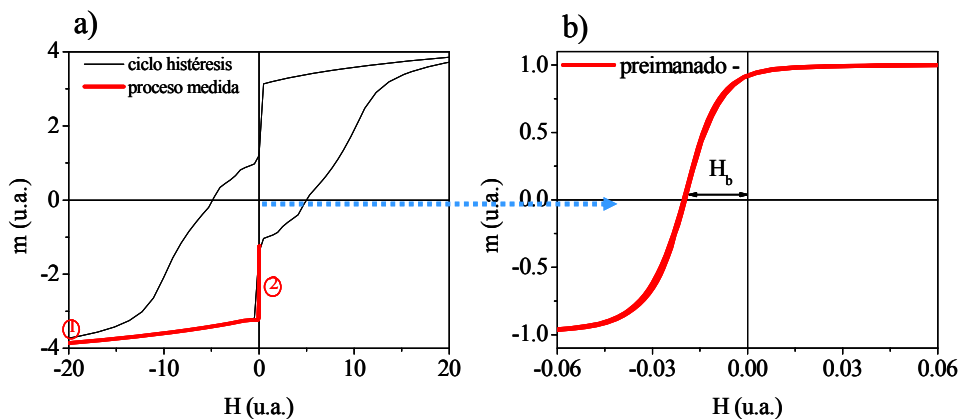


Fig. 4.40.- (a) Proceso de medida a campo bajo con la fase dura preimanada negativamente. (b) Zoom del ciclo de histéresis a campo bajo.

-Fase dura desimanada: Hemos seguido el mismo proceso de desimanación de la capa externa que en el apartado 4.2: saturamos a campo positivo (negativo) y después aplicamos un campo de valor negativo (positivo) igual a $H_{c,CoNi}$.

-Fase dura preimanada positivamente (Figura 4.39): se satura la fase dura aplicando un campo positivo alto y a continuación se mide el ciclo de histéresis a campo bajo. Se obtiene la curva de imanación del núcleo desplazada hacia campos magnéticos positivos por el efecto del campo magnetostático de la fase dura, cuya imanación se encuentra constante en su estado de remanencia positivo.

-Fase dura preimanada negativamente (Figura 4.40): se satura la fase dura en la otra dirección, negativamente, aplicando un campo elevado y negativo, midiéndose posteriormente el ciclo de histéresis a bajo campo. En este caso la imanación de la fase blanda se desplaza a campos negativos, y la imanación de la fase dura permanece constante durante la medida del ciclo en un estado de remanencia negativo.

Es preciso mencionar que los ciclos a campo bajo con la fase dura preimanada obtenidos por VSM (no sucede lo mismo en el caso de medida con sistemas inductivos, donde medimos un ΔM en lugar de M) se encuentran desplazados verticalmente una amplitud equivalente a la imanación de remanencia de la fase dura. En este capítulo presentaremos todos los ciclos a campo bajo centrados verticalmente para poder realizar la comparación entre ellos.

La amplitud del desplazamiento horizontal observado en las curvas de imanación de la fase blanda generado por la fase dura lo denominaremos campo magnetostático polarizador o campo bias, H_b . Este campo tiene una orientación antiparalela a la imanación de la fase dura. Así, si la fase dura esta preimanada positivamente, el campo bias tiene una orientación negativa negativo, y el ciclo de histéresis a campo bajo se desplaza a campos positivos hasta compensar el efecto de H_b . El comportamiento es opuesto para preimanación negativa. Al tener este campo bias un carácter magnetostático, las dimensiones de la fase dura y de la fase blanda desempeñan un papel esencial en el acoplamiento magnetostático.

4.3.1 Cintas tricapas CoNi/CoFe/CoNi

El estudio más completo del acoplamiento magnetostático se ha realizado en cintas tricapas CoNi/CoFe/CoNi. Este hecho se debe por un lado al gran volumen magnético que poseen dicho sistema bifásico en comparación con el resto de sistemas, proporcionando medidas con gran precisión, y por otro lado a la anisotropía de forma de la cinta, gracias a la cual podemos estudiar dicho fenómeno en un rango muy amplio de longitudes, entre 1 y 7 cm, permitiéndonos además estudiar multitud de configuraciones de cinta tricapa e incluso realizar un estudio complejo de los perfiles de imanación.

La figura 4.41 muestra los ciclos de histéresis a campo bajo de una cinta tricapa con $t_{CoNi} = 12 \mu m$, $l_{CoNi} = 5.5 cm$ y $l_{CoFe} = 7 cm$ para diferentes estados magnéticos de las capas externas de CoNi: desimanada y preimanada a $\pm 60 kA/m$ [KRA2007,TORR2008C]. Junto a cada curva se adjunta un esquema explicativo del estado magnético de la capa externa dura de CoNi, donde las flechas negras representan la imanación del CoNi, las flechas negras con líneas el campo magnetostático externo generado por CoNi y las flechas azules la orientación de dicho campo en el interior del núcleo (campo bias). En el caso de la cinta tricapa de la figura 4.41, el campo bias presenta un valor de 13 A/m.

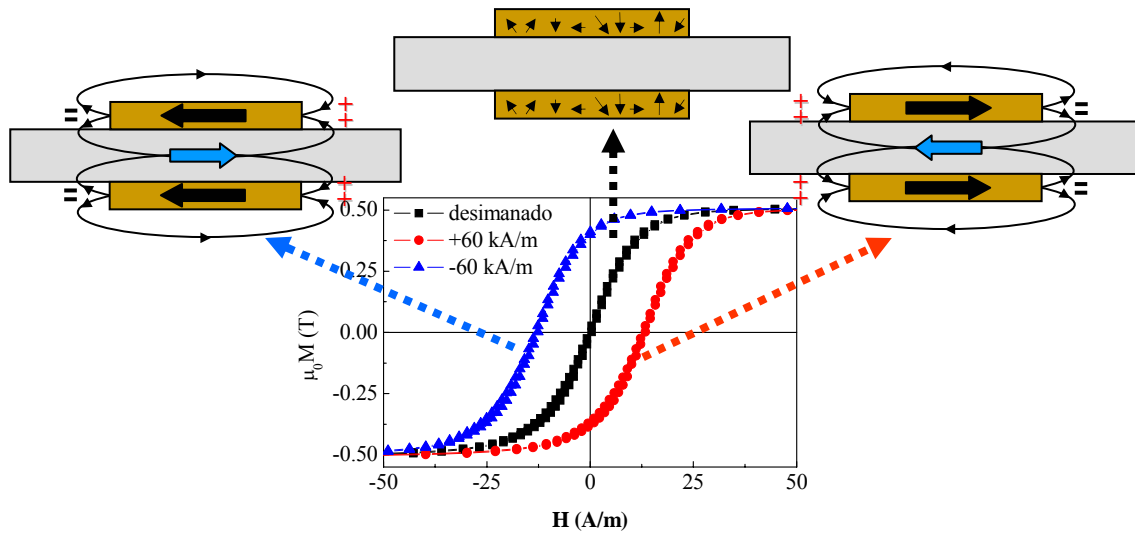


Fig. 4.41.- Ciclos de histéresis a campo bajo de una cinta tricapa CoNi/CoFe/CoNi ($t_{\text{CoNi}} = 12 \mu\text{m}$, $l_{\text{CoNi}} = 5.5 \text{ cm}$ y $l_{\text{CoFe}} = 7 \text{ cm}$) para diferentes configuraciones magnéticas de la fase dura: desimanada, preimanada a $\pm 60 \text{ kA/m}$. Para cada ciclo hay un esquema explicativo sobre la configuración magnética de la fase dura [KRA2007].

4.3.1.1 Influencia de la longitud de CoNi [KRA2007, TORR2007C, TORR2008C]

Sabemos por la literatura que la intensidad del campo⁴ generado por un material magnético con geometría plana o circular, aumenta a medida que se reduce el cociente longitud/espesor [CHE2006]. Por lo tanto, es de esperar que si variamos la longitud de la fase dura se produzca un cambio en el acoplamiento magnetostático y por lo tanto en el ciclo de histéresis de la fase blanda.

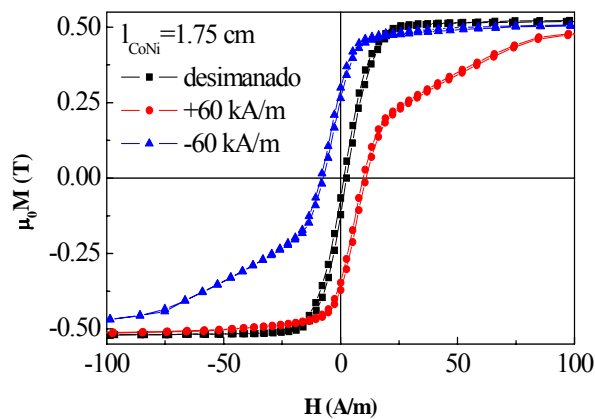


Fig. 4.42.- Ciclos de histéresis a campo bajo de una cinta tricapa ($t_{\text{CoNi}} = 12 \mu\text{m}$, $l_{\text{CoNi}} = 1.75 \text{ cm}$ y $l_{\text{CoFe}} = 7 \text{ cm}$) para diferentes estados magnéticos de la fase dura.

En la figura 4.42, presentamos el ciclo a bajo campo de una cinta tricapa para diferentes estados magnéticos de la fase dura, reduciendo la l_{CoNi} únicamente a 1.75 cm , respecto a la anterior muestra de la figura 4.41 ($l_{\text{CoNi}} = 5.5 \text{ cm}$). Para la fase dura desimanada, la curva de imanación del núcleo no experimenta ningún cambio apreciable. Sin embargo cuando la fase dura esta imanada, además del típico

⁴ Interno (desimanador) o externo (campo magnetostático polarizador o campo bias)

desplazamiento de la curva de imanación de la fase blanda, el ciclo preimanado presenta una segunda región con menor susceptibilidad. Así, para el ciclo preimanado positivamente (negativamente), la región con alta susceptibilidad aparece a campo positivos (negativos) más bajos y la de baja susceptibilidad aparece a campos positivos (negativos) más altos. La aparición de una segunda región de baja susceptibilidad se debe a la inhomogeneidad del campo bias, el cual es más intenso cerca de las cargas descompensadas de la fase dura.

Según la figura 4.43 [TORR2008C], denominaremos a cada una de las zonas del ciclo de la siguiente manera: a) La región 1 con una fracción de volumen V_1 y de alta susceptibilidad, χ_1 , lleva asociado un campo bias H_{b1} y una imanación $J_1=2V_1\mu_0M_s$; b) La región 2 con una fracción de volumen V_2 y de baja susceptibilidad, χ_2 , tiene un campo bias H_{b2} y una imanación $J_2=2V_2\mu_0M_s$. Con lo que siempre se cumple que $J_1+J_2=2\mu_0M_s$. La cinta tricapa de la figura 4.43 presenta los siguientes valores: $J_1=0.7$ T, $J_2=0.3$ T, $\chi_1=22.000$, $\chi_2=9840$, $H_{b1}=7.5$ A/m y $H_{b2}=45$ A/m. El campo bias total, H_b , para esta muestra presenta un valor de 10.5 A/m. Dicho campo depende del campo bias de cada una de las regiones y de los parámetros α y β según la ecuación (4.25). Dichos parámetros dependen de las dimensiones de las diferentes capas magnéticas. Así, α y β están relacionados con el volumen de la región 1 y 2, respectivamente. Para la muestra de la figura 4.43, la región 1 con alta susceptibilidad tiene mayor peso en el valor de H_b , lo que implica que la constante $\alpha > \beta$.

$$H_b = \alpha H_{b1} + \beta H_{b2} ; \alpha, \beta \leq 1 \quad (4.25)$$

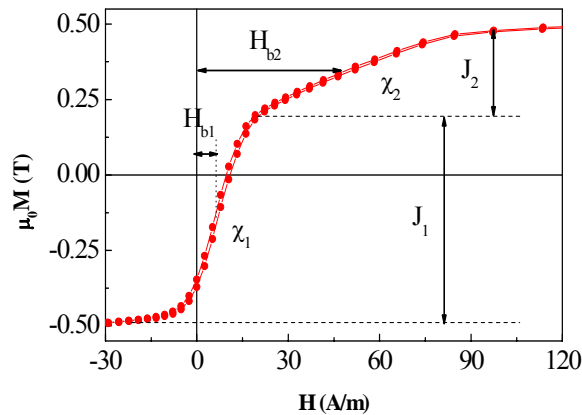


Fig. 4.43.- Ciclo de histeresis a campo bajo de una cinta tricapa ($t_{\text{CoNi}}=12$ μm , $l_{\text{CoNi}}=1.75$ cm y $l_{\text{CoFe}}=7$ cm) con la fase dura preimanada positivamente. En el gráfico se denotan los diferentes parámetros para cada región: campo bias, susceptibilidad y volumen magnético [TORR2008C].

En la figura 4.44 se presenta la evolución del ciclo de histeresis de una cinta tricapa con la fase dura preimanada a +60 kA/m a medida que vamos reduciendo la l_{CoNi} , manteniendo constante los otros dos parámetros: $t_{\text{CoNi}}=12$ μm y $l_{\text{CoFe}}=7$ cm [KRA2007]. Para una cierta longitud de CoNi crítica, 3.4 cm, se empieza a observar la segunda región de baja susceptibilidad. La dependencia de H_b , H_{b1} , H_{b2} , χ_1 y χ_2 con l_{CoNi} se muestra en las figuras 4.45a y 4.45b, respectivamente. A medida que vamos reduciendo l_{CoNi} se produce una disminución de χ_2 junto con un aumento de H_{b2} . Sin embargo, la región 1 o de alta susceptibilidad prácticamente no sufre ningún cambio, manteniendo constante sus valores de H_{b1} y χ_1 . Lo cual implica que el campo bias total (H_b), determinado en gran medida por la imanación de la región 1, se mantenga

igualmente constante con la longitud de la fase dura. Así, para $l_{CoNi} > 4 \text{ cm}$ (una región), $H_b = H_{b1}$; mientras que para $l_{CoNi} < 4 \text{ cm}$ (dos regiones), $H_b = \alpha H_{b1} + \beta H_{b2}$ siendo $\alpha > \beta$.

Para esta serie de muestras con diferente l_{CoNi} , la fracción de volumen magnético de la región 1, definido como $V_1 = (J_1 / 2\mu_0 M_s) \cdot 100$, y de la región 2, $V_2 = (J_2 / 2\mu_0 M_s) \cdot 100$, permanecen constantes entorno a 70 % y 30 %, respectivamente, en el rango de longitudes menor de 4 cm.

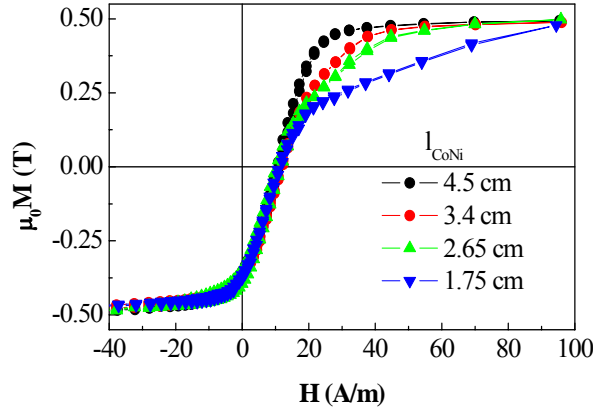


Fig. 4.44.- Ciclos de histeresis de cintas tricapas preimanadas positivamente para diferentes valores de l_{CoNi} , manteniendo constante $t_{CoNi} = 12 \mu\text{m}$ y $l_{CoFe} = 7 \text{ cm}$ [KRA2007].

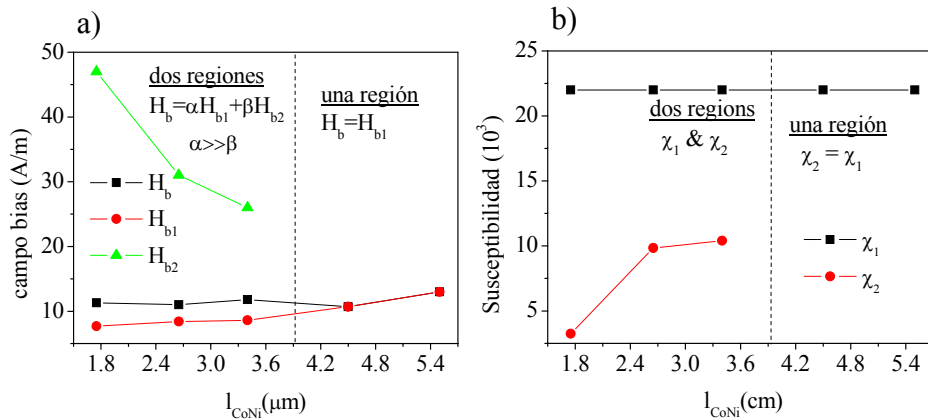


Fig. 4.45.- Dependencia del (a) campo bias y de la (b) susceptibilidad de cada región de imanación con la longitud de la fase dura.

4.3.1.2 Influencia de la longitud de CoFe [KRA2007,TORR2007C]

Por otro lado, el estudio de la longitud de la fase blanda, nos muestra la influencia del campo desimanador del núcleo en el acoplamiento magnetostático. En la figura 4.46 se representa los ciclos de histeresis a campo bajo de cintas tricapas preimanadas a $+60 \text{ kA/m}$ con diferente l_{CoFe} manteniendo constante $t_{CoNi} = 12 \mu\text{m}$ y $l_{CoNi} = 1.75 \text{ cm}$. El comportamiento de estos ciclos es opuesto a los del apartado anterior (figura 4.44): la reducción de la longitud del núcleo afecta principalmente a la región 1, produciéndose un aumento de H_{b1} y una disminución de χ_1 , como muestran las figuras 4.47a y 4.47b, respectivamente. La susceptibilidad de la región 2 no sufre cambio apreciable, aumentando únicamente su valor de campo bias con la reducción de l_{CoFe} . En este caso, si que se produce un cambio del valor del H_b ya que al igual que en el

apartado anterior el H_b está determinado mayoritariamente por la región 1, según la ecuación (4.25). En la figura 4.47a, junto a la dependencia de H_b , H_{b1} y H_{b2} con l_{CoFe} se ha trazado también el campo desimanador del núcleo, H_d , pudiéndose afirmar que los diferentes campos bias prácticamente son proporcionales a dicho campo desimanador. Notar que el campo desimanador ha sido calculado mediante la expresión:

$$H_d = \frac{M_s}{\chi_1} \quad (4.26)$$

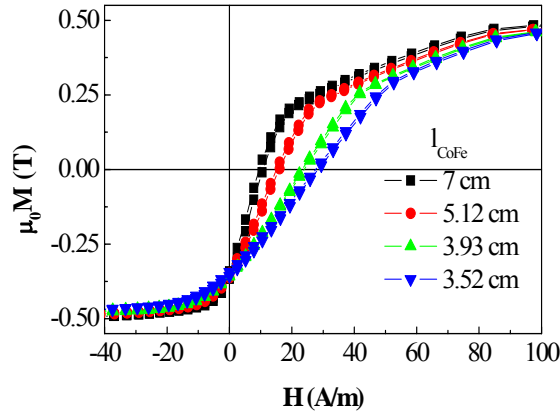


Fig. 4.46.- Ciclos de histeresis de cintas tricapas preimanadas positivamente para diferentes valores de l_{CoFe} , manteniendo constante $t_{CoNi} = 12 \mu m$ y $l_{CoNi} = 1.75 cm$ [KRA2007].

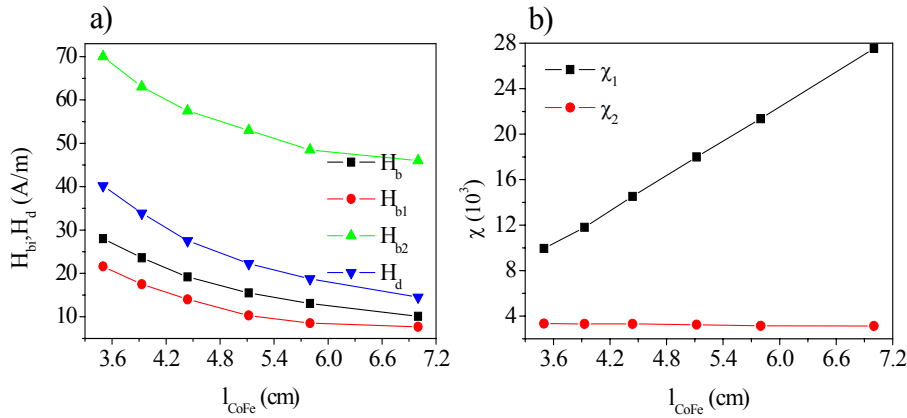


Fig. 4.47.- Dependencia del (a) campo bias y desimanador y de la (b) susceptibilidad de cada región de imanación con la longitud de la fase blanda.

En esta serie de cintas con diferente l_{CoFe} , se produce un ligero aumento de V_1 (o disminución de V_2) según va decreciendo l_{CoFe} . Así, V_1 pasa de 70% a 80 % cuando acortamos el núcleo de 7 a 3.5 cm.

4.3.1.3 Influencia del espesor de CoNi [KRA2007, TORRR2007C]

Finalmente y para concluir el estudio con las dimensiones de las diferentes capas, hemos analizado el acoplamiento magnetostático en función del espesor de CoNi tanto para cintas tricapas largas, una sola región de imanación, como cortas, dos regiones de imanación. En la figura 4.48a se presentan los ciclos de histeresis a campo

bajo de las cintas tricapas largas ($l_{CoNi}=5.5\text{ cm}$ y $l_{CoFe}=7\text{ cm}$) para diferente t_{CoNi} con la fase dura preimanada positivamente a $+60\text{ kA/m}$. Se observa como la curva de imanación del núcleo se va desplazando a campo magnéticos mayores según vamos aumentando el t_{CoNi} . Así, la dependencia del campo bias (H_b) con el espesor y el momento magnético de saturación de la fase dura ($m_{s,CoNi}$), figura 4.48b, es casi lineal.

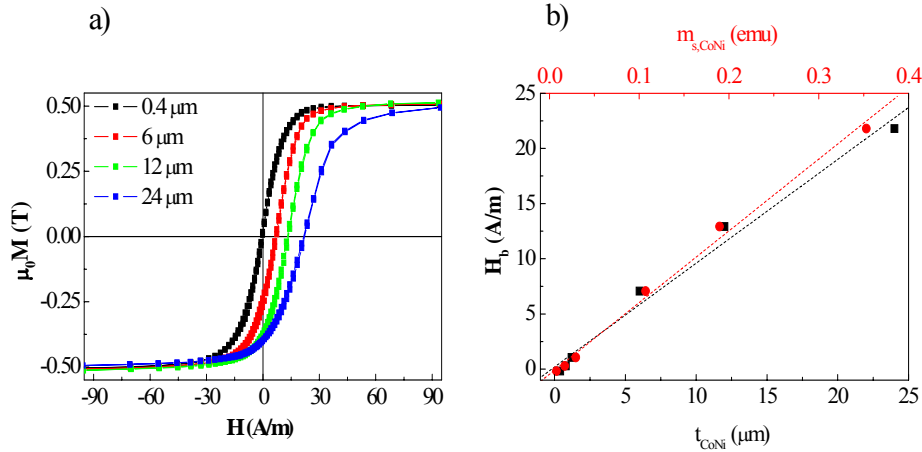


Fig. 4.48.- (a) Ciclos de histéresis a campo bajo y preimanados a $+60\text{ kA/m}$ para cintas tricapas con diferente t_{CoNi} ($l_{CoNi}=5.5\text{ cm}$ y $l_{CoFe}=7\text{ cm}$). (b) Dependencia del campo bias con el espesor y momento magnético de saturación de la fase dura [KRA2007].

El estudio del acoplamiento magnetostático con el espesor para cintas tricapas de menor longitud ($l_{CoNi}=2\text{ cm}$ y $l_{CoFe}=4\text{ cm}$) se presenta en la figuras 4.49 y 4.50. De los ciclos de histéresis de la figura 4.49, observamos de nuevo como la imanación del núcleo se desplaza a campos mayores con el t_{CoNi} y además la aparición de la segunda región de imanación a partir de un cierto espesor crítico, entorno a $5\text{ }\mu\text{m}$. El volumen magnético de la segunda región va aumentando con el incremento de t_{CoNi} , figura 4.50a. El campo bias de cada una de las dos regiones presenta un comportamiento lineal con el espesor, figura 4.50b, mientras que el campo bias total está determinado mayoritariamente por la región 1 para valores de t_{CoNi} pequeños hasta $7\text{ }\mu\text{m}$ donde $V_1 > V_2$, y por la región 2 para espesores mayores de $7\text{ }\mu\text{m}$ donde $V_1 < V_2$. Acorde con la ecuación (4.25), $\alpha > \beta$ a valores de t_{CoNi} muy pequeños, mientras que $\alpha < \beta$ a valores de t_{CoNi} muy grandes. Por último podemos señalar que las susceptibilidades de las diferentes zonas no experimentan ningún cambio apreciable con el t_{CoNi} , figura 4.50c.

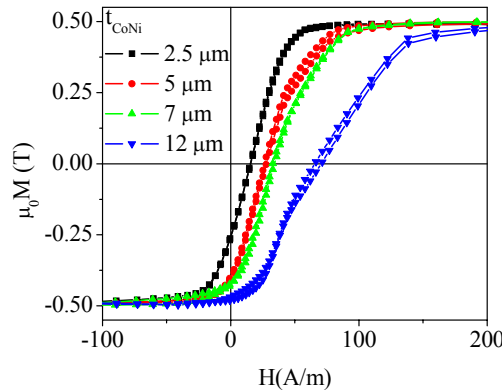


Fig. 4.49.- Ciclos de histéresis a campo bajo y preimanados positivamente para cintas tricapas con diferente t_{CoNi} , ($l_{CoNi}=2\text{ cm}$ y $l_{CoFe}=4\text{ cm}$) [TORR2007C].

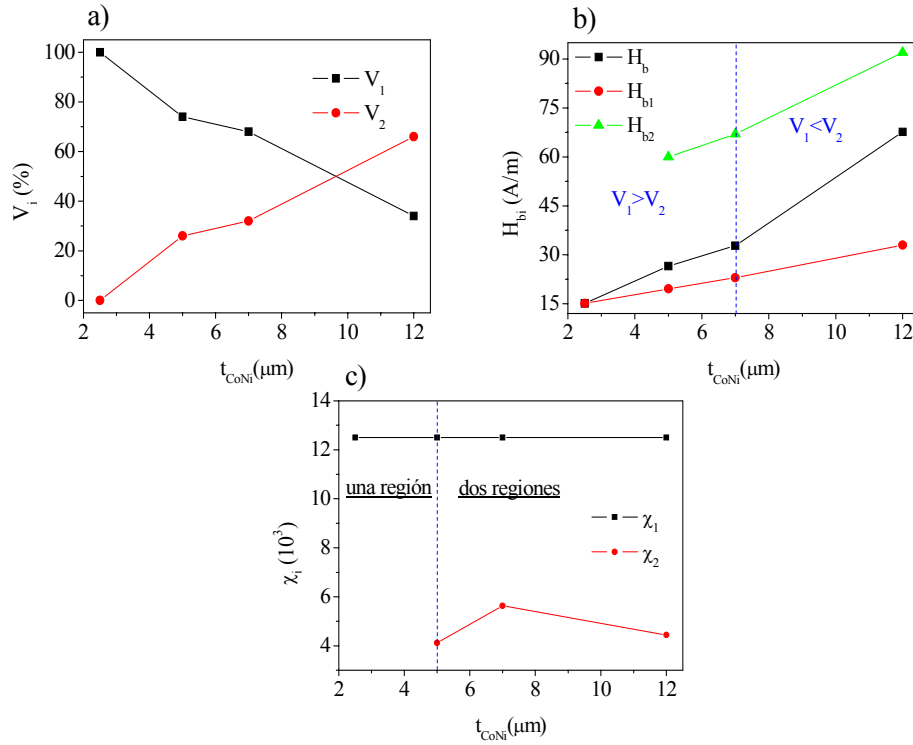


Fig. 4.50.- Evolución del (a) volumen magnético, (b) campo bias y (c) susceptibilidad de cada región de imanación en función del espesor de la fase dura.

4.3.1.4 Modelo fenomenológico M-H (dos susceptibilidades) [KRA2007, TORRR2007C]

A la vista de los resultados experimentales obtenemos las siguientes conclusiones:

-Las cargas descompensadas en los extremos de la fase dura imanada genera un campo magnetostático externo, denominado campo bias, que desplaza la curva de imanación del núcleo a campos positivos cuando la fase dura esta preimanada positivamente y viceversa.

-Este campo bias no es homogéneo presentando mayor intensidad en las zonas del núcleo cercanas a las cargas descompensadas de las capas externas de CoNi. Este hecho, produce la aparición de dos regiones de la imanación en el núcleo (solo para ciertas dimensiones) con diferente valor de susceptibilidad y campo bias, las cuales están controladas por las dimensiones de las diferentes capas como consecuencia del carácter magnetostático del acoplamiento. Con la técnica fluxométrica que usamos para medir los ciclos de histéresis, donde analizamos la zona central de la muestra con una pick-up de 8 mm de longitud, la segunda región se hace visible para grandes t_{CoNi} y/o pequeñas l_{CoNi} (siempre y cuando l_{CoFe} no sea comparable a l_{CoNi}).

-La región de alta susceptibilidad, o región 1, que aparece a campo magnético más bajo, esta determinado por la longitud de la fase blanda: a medida que vamos reduciendo dicha longitud, se produce un aumento del campo bias y un decrecimiento de la susceptibilidad de la región 1, H_{b1} y χ_1 .

-la región de baja susceptibilidad, o región 2, que aparece a campo magnético más alto, está controlado por la longitud de la fase dura: un decrecimiento de dicha

longitud produce un aumento del campo bias y un decrecimiento de la susceptibilidad de la región 2, H_{b2} y χ_2 .

-El volumen magnético de cada región esta controlado por el espesor de la fase dura, así un aumento de dicho espesor supone un aumento del volumen de la región 2, o decrecimiento de la región 1, y un aumento casi lineal de sus respectivos campo bias, H_{b2} y H_{b1} .

Para describir el comportamiento de estas cintas tricapas acopladas magnetostáticamente, vamos a suponer que el ciclo de histeresis del núcleo consiste en dos tramos lineales con diferente pendiente, susceptibilidad, y campo bias. El comportamiento magnético de una cinta amorfa de CoFe con magnetostricción baja y de longitud infinita tiene un ciclo anhisterético según la ecuación (4.27):

$$m = M/M_s = f(H) \quad (4.27)$$

La cinta acoplada magnetostáticamente con sus dos regiones de imanación y sus respectivas fracciones de volumen magnético viene descrita por las ecuaciones (4.28) y (4.29):

$$m = m_1 V_1 + m_2 V_2 \quad (4.28)$$

$$\begin{aligned} m_1 &= f(H - H_{b1} - n_{11}m_1 - n_{12}m_2) \\ m_2 &= f(H - H_{b2} - n_{21}m_1 - n_{22}m_2) \end{aligned} \quad (4.29)$$

Donde la imanación de cada región (m_i) depende de su respectivo campo bias (H_{bi}), de su propio campo desimanador ($n_{ii}m_i$) y del campo desimanador de la otra zona ($n_{ij}m_j$). La ecuación (4.30), es una ecuación trascendental de m_1 y m_2 fácil de resolver:

$$H = H_{b1} + n_{11}m_1 + n_{12}m_2 + f^{-1}(m_1) = H_{b2} + n_{21}m_1 + n_{22}m_2 + f^{-1}(m_2) \quad (4.30)$$

Teniendo en cuenta que $|m_i| \leq 1$, resulta bastante simple resolver la ecuación trascendental si consideramos el acoplamiento entre regiones despreciable ($n_{12} = n_{21} = 0$) y un ciclo rectangular ideal con $H_c=0$ ($f^I=0$). Haciendo algunos cálculos en Mathematica se llega a los siguientes resultados:

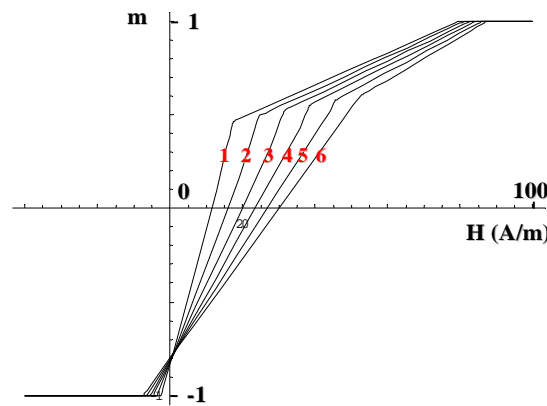


Fig. 4.51.- Modelización hecha con el programa Mathematica correspondiente a los ciclos de histeresis del apartado 4.3.1.2, influencia con la longitud de la fase blanda.

| | V_1 | V_2 | $n_{11}(A/m)$ | $n_{22}(A/m)$ | $H_{b1}(A/m)$ | $H_{b2}(A/m)$ |
|-----|-------|-------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| (1) | 0.7 | 0.3 | 10 | 35 | 7.5 | 45 |
| (2) | 0.72 | 0.28 | 14 | 31.5 | 10.5 | 50 |
| (3) | 0.74 | 0.26 | 18 | 28 | 13.5 | 55 |
| (4) | 0.76 | 0.24 | 22 | 24.5 | 16.5 | 60 |
| (5) | 0.78 | 0.22 | 26 | 21 | 19.5 | 65 |
| (6) | 0.8 | 0.2 | 30 | 17.5 | 22.5 | 70 |

Tabla 4.1.- Parámetros usados en los cálculos de la figura 4.51.

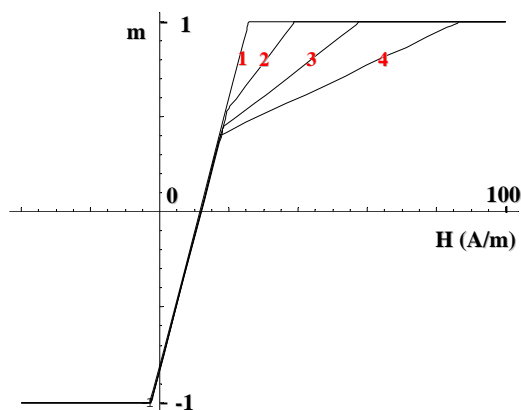


Fig. 4.52.-Modelización hecha con el programa Mathematica correspondiente a los ciclos de histéresis del apartado 4.3.1.1, influencia con la longitud de la fase dura.

| | V_1 | V_2 | $n_{11}(A/m)$ | $n_{22}(A/m)$ | $H_{b1}(A/m)$ | $H_{b2}(A/m)$ |
|-----|-------|-------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| (1) | 1 | 0 | 14.3 | 14.3 | 11.4 | 11.4 |
| (2) | 0.76 | 0.24 | 11 | 10 | 8.4 | 29 |
| (3) | 0.72 | 0.28 | 10.5 | 20 | 7.9 | 38 |
| (4) | 0.7 | 0.3 | 10 | 30 | 7.5 | 52 |

Tabla 4.2.- Parámetros usados en los cálculos de la figura 4.52.

- (a) Influencia de la longitud de la fase blanda (n_{11} crece, n_{22} decrece ligeramente, $H_{b1} = 0.75n_{11}$, H_{b2} crece), figura 4.51. Los valores de los parámetros usados para el cálculo de las diferentes curvas están resumidas en la tabla 4.1.
- (b) Influencia de la longitud de la fase dura (n_{22} y H_{b2} incrementan, el resto de parámetros prácticamente constantes), figura 4.52. Los valores de los parámetros usados para el cálculo de las diferentes curvas están resumidas en la tabla 4.2.

Una primera interpretación sobre el modelo de dos regiones de imanación se puede observar en el esquema explicativo de la figura 4.53: Si se acerca un imán permanente (en nuestro caso la capa de CoNi) a un material magnéticamente blando, la mayoría del flujo magnético pasa a través del material blando. La intensidad del flujo generado por el imán permanente va decreciendo a medida que nos vamos alejando de él, por lo tanto el flujo de mayor intensidad se concentra en la zona próxima a él (zona del núcleo denotada con gris oscuro). Por lo tanto, en el núcleo van a existir dos regiones con diferente inversión de imanación: una superficial de espesor t_2 cercana a la fase dura (más concretamente a sus cargas descompensadas) con un alto valor de campo bias y baja susceptibilidad (m_2) y la otra interna de espesor t_1 cuya susceptibilidad

apenas sufre cambio y con un valor pequeño de campo bias (m_I). Así, dependiendo de la orientación de la imanación del CoNi (m_{CoNi}) y de si la inversión de imanación del núcleo se produce de campo positivo a negativo o viceversa, se va a invertir antes la imanación de una u otra zona ayudada o frenada por el campo bias. El valor de t_I y t_2 está controlado por el espesor de la fase dura como se demostró en el apartado 4.3.1.3. Además para longitudes de CoNi y núcleo suficientemente largas o espesores de CoNi pequeños, $t_I \sim t_{CoFe}$.

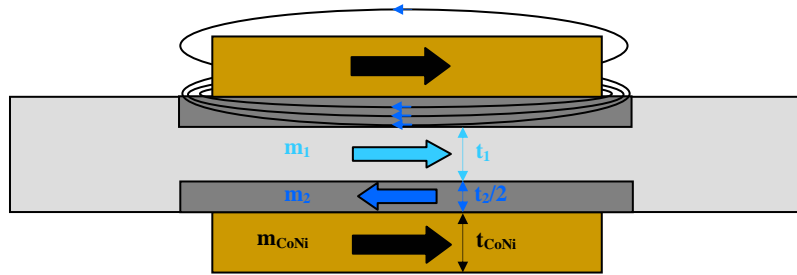


Fig. 4.53.- Modelo de dos regiones de imanación en el núcleo para una cinta tricapa.

Tomando como ejemplo la gráfica de la figura 4.43 (cinta tricapa con $t_{CoNi}=12 \mu m$, $l_{CoNi}=7 cm$ y $l_{CoFe}=1.75 cm$) explicamos, en el esquema de la figura 4.54, su proceso completo de inversión de la imanación del núcleo cuando tiene la capa externa de CoNi preimanada positivamente y nos movemos desde campo negativo a positivo: A $-50 A/m$ (1), todo el volumen magnético del núcleo está saturado negativamente. Si reducimos el campo magnético hasta cero, el efecto del campo bias, orientado negativamente, impide que comience la inversión de la imanación del núcleo. A medida que empezamos a aplicar campo magnético positivo, compensando el campo bias en aquellas zonas que presenta baja intensidad, los dominios magnéticos de la región 1 empiezan a invertirse. A $+20 A/m$ (2), la región 1 se halla saturada positivamente. Para campos magnéticos mayores, los dominios de la región 2, que hasta el momento estaban sujetos por el efecto del campo bias de alta intensidad, empiezan a invertirse. Finalmente a $+100 A/m$ (3), la región 2 está saturada positivamente, y por lo tanto todo el volumen del núcleo.

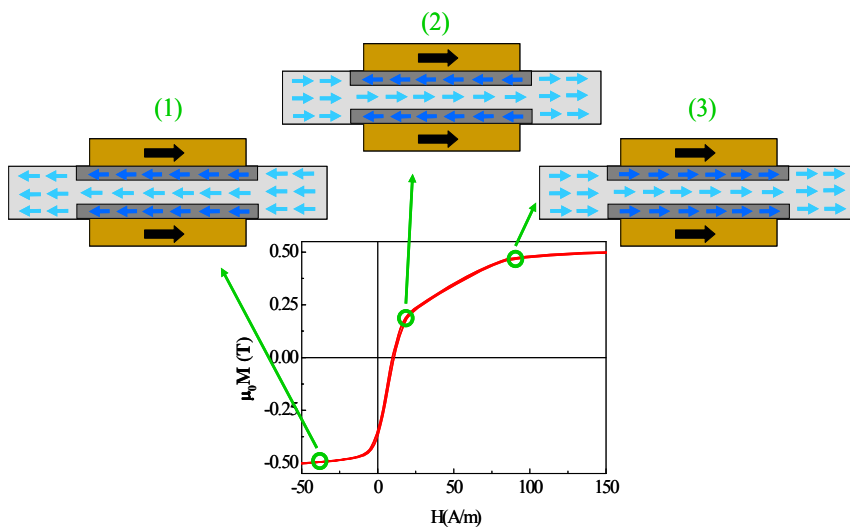


Fig. 4.54.-Esquema del proceso de inversión de la imanación de la fase blanda en una cinta tricapa preimanada positivamente y con las siguientes dimensiones: $t_{CoNi}=12 \mu m$, $l_{CoNi}=7 cm$ y $l_{CoFe}=1.75 cm$.

4.3.1.5 Perfiles de imanación [TORR2008C]

El modelo propuesto en el apartado anterior es relativamente simple y un poco alejado de la realidad, aunque es válido en algunas situaciones límites y nos permite entender el acoplamiento magnetostático en cintas tricapas en primera aproximación. El estudio de los ciclos de histeresis locales a bajo campo en función de la posición, perfiles de imanación, nos ha permitido desarrollar un modelo mucho más complejo. En dicho estudio se ha analizado 4 tipos de cintas con diferente configuración, tal y como muestra la figura 4.55: Cintas tricapas con todo el núcleo electrodepositado, $l_{CoFe}=l_{CoNi}$ (A); cintas tricapas con CoNi electrodepositado en la parte central del núcleo (B); cintas con CoNi electrodepositado en los extremos del núcleo amorfo (C); y cintas con segmentos de CoNi situados alternada y periódicamente en el núcleo (D). Hay que reseñar que todo el análisis de los perfiles de imanación se ha realizado siempre con la fase dura preimanada positivamente ($+60 \text{ kA/m}$) para poder comparar unas configuraciones con otras.

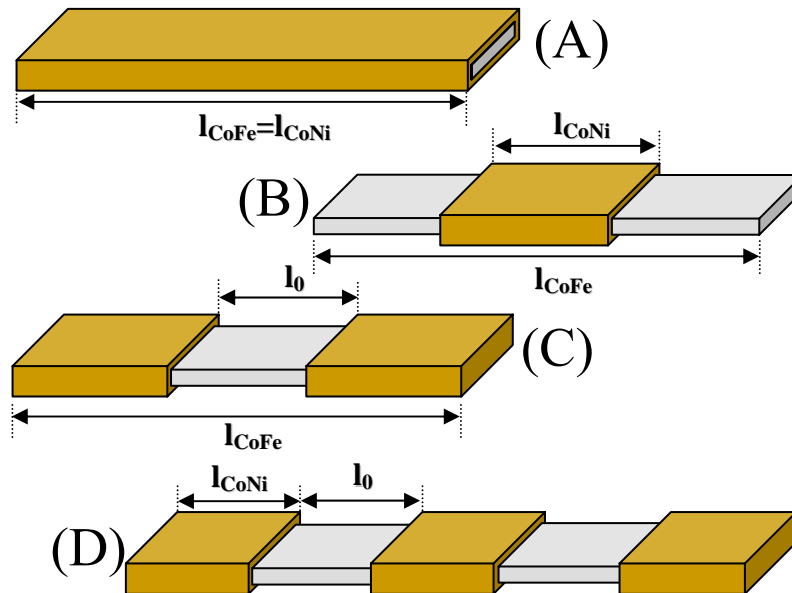


Fig. 4.55.-Esquema de las diferentes configuraciones de cintas tricapas analizadas en el estudio de los perfiles de imanación [TORR2008C].

Las medidas de los ciclos de histéresis en función de la posición, x , se han realizado con una pick-up local de 2 mm de longitud, la cual se ha ido desplazando desde un extremo hasta el centro de la muestra. Tomamos $x=0$ cuando la mitad de la pick-up local se encuentra situada justamente en el extremo de la muestra, y $x=l_{CoFe}/2$ cuando está en el centro.

a) Cintas tricapas electrodepositadas en todo el núcleo (Configuración A)

Los ciclos de histeresis locales a bajo campo de una cinta tricapa con configuración A ($t_{CoNi}=10 \text{ }\mu\text{m}$, $l_{CoNi}=l_{CoFe}=3 \text{ cm}$) en función de la posición x , desde el extremo hasta el centro de la muestra, se presentan en la figura 4.56. Cerca del extremo detectamos la presencia principalmente de tres regiones del núcleo con diferente susceptibilidad: las regiones con alta (χ_1) y baja susceptibilidad (χ_2) que ya habíamos detectado anteriormente, y además una región con muy baja susceptibilidad (χ_3). Según

vamos moviéndonos al centro van desapareciendo las regiones 2 y 3 con el consiguiente crecimiento de la región 1.

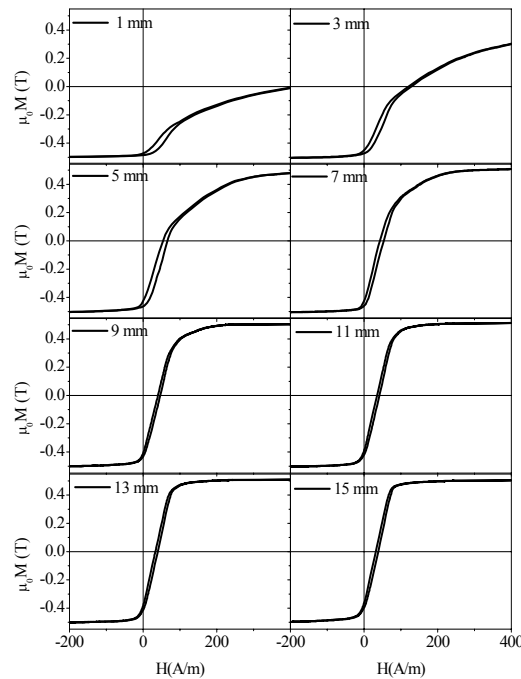


Fig 4.56.- Ciclos de histéresis locales a campo bajo en función de la posición x para una cinta tricapa con configuración A: $t_{\text{CoNi}} = 10 \mu\text{m}$, $l_{\text{CoNi}} = l_{\text{CoFe}} = 3 \text{ cm}$ [TORR2008C].

La evolución de los volúmenes magnéticos de las diferentes zonas del núcleo en función de x se observa en la gráfica 4.57. A medida que nos desplazamos del extremo al centro de la cinta, el comportamiento es el siguiente: el volumen de la región 1 (V_1) incrementa hasta alcanzar el 100 % para $x = 15 \text{ mm}$; el volumen de la región 2 (V_2) incrementa ligeramente al principio pero vuelve a decrecer hasta desaparecer en $x = 15 \text{ mm}$; por último el volumen de la región 3 (V_3) experimenta un fuerte decaimiento en los primeros milímetros de la parte cercana al extremo desapareciendo igualmente en el centro de la muestra.

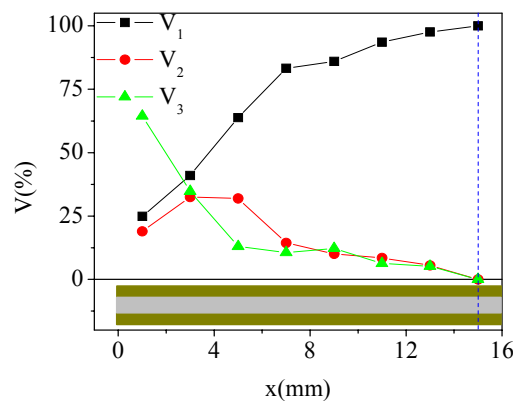


Fig 4.57.- Evolución de los volúmenes magnéticos en función de x para una cinta tricapa con configuración A: $t_{\text{CoNi}} = 10 \mu\text{m}$, $l_{\text{CoNi}} = l_{\text{CoFe}} = 3 \text{ cm}$ [TORR2008C].

b) Cintas tricapas electrodepositadas en la parte central del núcleo (Configuración B)

Para esta configuración de cinta tricapa se ha realizado el estudio en dos muestras con diferente t_{CoNi} , manteniendo constante las longitudes de la fase dura y blanda, $l_{\text{CoNi}}=1 \text{ cm}$ y $l_{\text{CoFe}}=3 \text{ cm}$. Los ciclos de histeresis locales correspondientes a las dos cintas con espesor de CoNi de 3 y 13 μm se muestran en la figuras 4.58a y 4.58b, respectivamente. Para la cinta de menor espesor, la dependencia de los diferentes volúmenes magnéticos con x , figura 4.59a, es bastante similar a la de la cinta con configuración A (figura 4.57). Sin embargo y a diferencia del apartado anterior, en la parte central de la cinta ni V_1 presenta el valor de 100 % ni las otras dos regiones han desaparecido. Este hecho es debido a la reducción de la longitud de la capa CoNi como ya habíamos observado en la sección 4.3.1.1. El aumento del espesor de CoNi, figura 4.59b, además de producir una disminución de V_1 con el consiguiente aumento de V_2 , lo cual también había sido observado en el apartado 4.3.1.3, produce la aparición de un mínimo en V_2 y un máximo en V_3 situados justamente en el extremo de la fase dura.

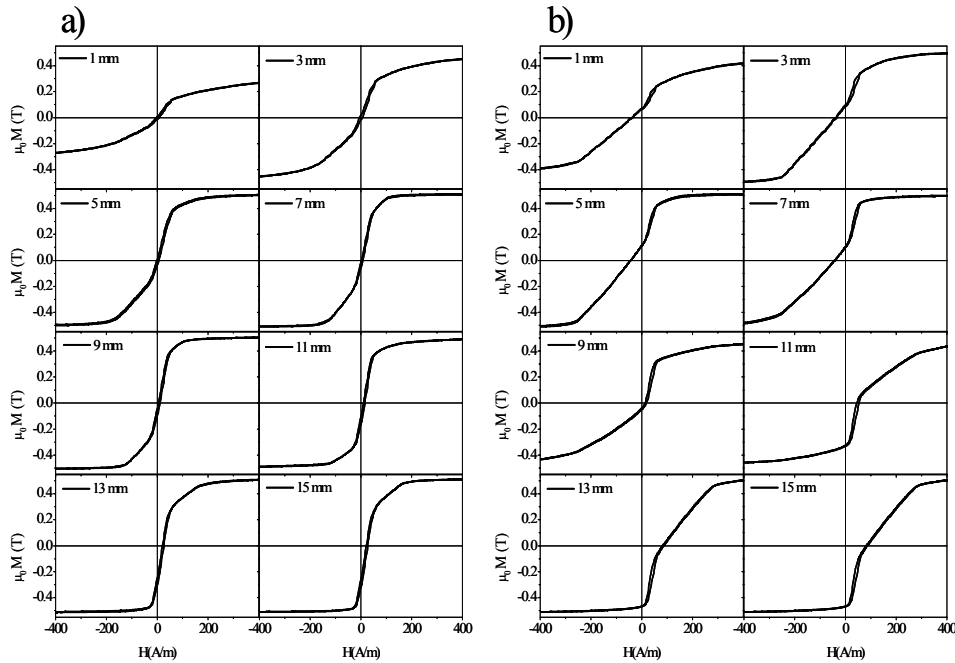


Fig 4.58.- Ciclos de histéresis locales a campo bajo en función de la posición x de dos cintas tricapas con configuración B ($l_{\text{CoNi}}=1 \text{ cm}$, $l_{\text{CoFe}}=3 \text{ cm}$) y diferente t_{CoNi} : (a) 3 y (b) 13 μm [TORR2008C].

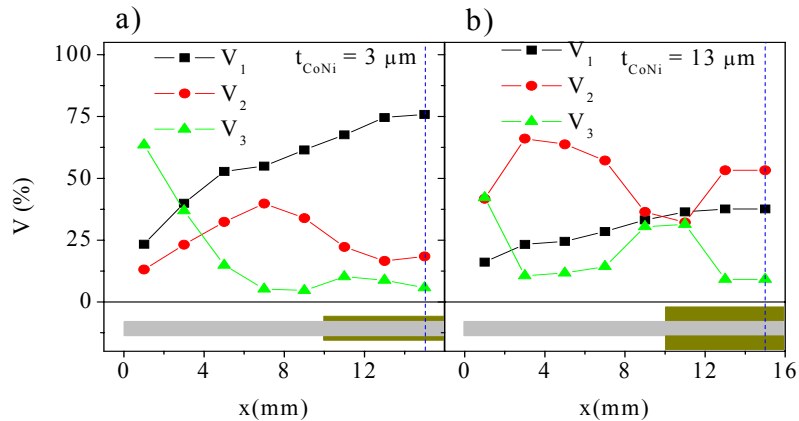


Fig 4.59.- Dependencia de los volúmenes magnéticos con x para las dos cintas tricapa con configuración B ($l_{\text{CoNi}}=1 \text{ cm}$, $l_{\text{CoFe}}=3 \text{ cm}$) y diferente espesor de CoNi: (a) 3 y (b) 13 μm [TORR2008C].

c) Cintas tricapas electrodepositadas en los extremos del núcleo y alternadamente (Configuración C y D)

Para un mejor entendimiento del comportamiento de la región 2 y 3, se han analizado por último los perfiles de imanación de las cintas tricapas con CoNi depositado únicamente en los extremos del núcleo (Configuración C), figura 4.60a, y cintas tricapas con segmentos de CoNi dispuesto de manera alternada y periódica en el núcleo (configuración D), figura 4.60b. La cinta tricapas con configuración C posee un núcleo de $l_{CoFe}=3\text{ cm}$ y dos segmentos de CoNi situados en sus extremos, cada uno de ellos con $l_{CoNi}=1\text{ cm}$ y $t_{CoNi}=7\text{ }\mu\text{m}$; la zona central del núcleo tiene una longitud $l_0=1\text{ cm}$. Mientras que la cinta con configuración D con $l_{CoFe}=3.5\text{ cm}$, tiene tres segmentos de CoNi con $t_{CoNi}=6\text{ }\mu\text{m}$ alternados en el núcleo por dos zonas sin deposición de la misma longitud, $l_{CoNi}=l_0=0.7\text{ cm}$.

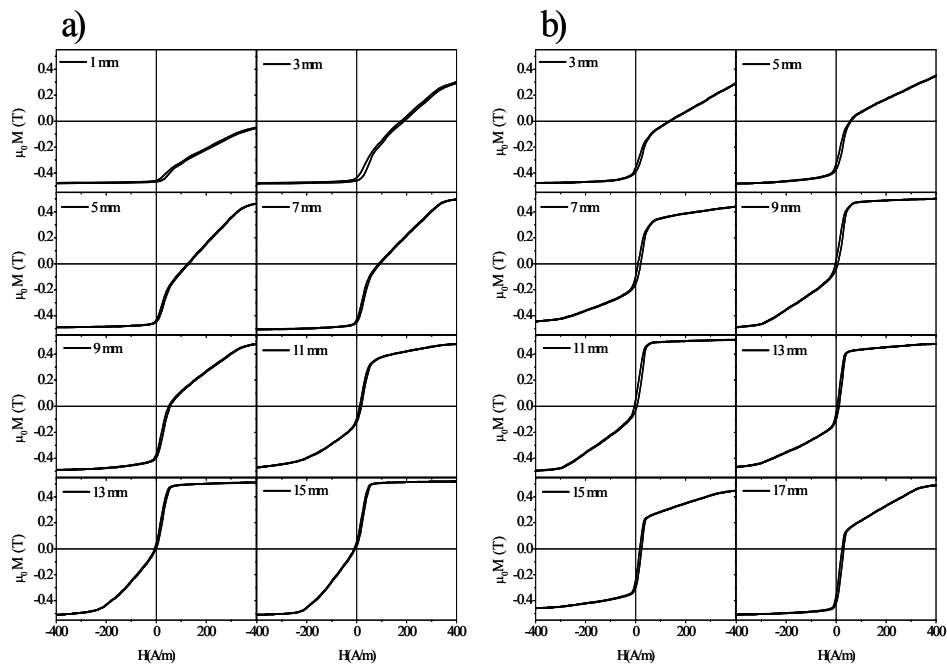


Fig 4.60.- Ciclos de histéresis a campo bajo locales en función de x para las cintas tricapas con (a) configuración C y (b) D.

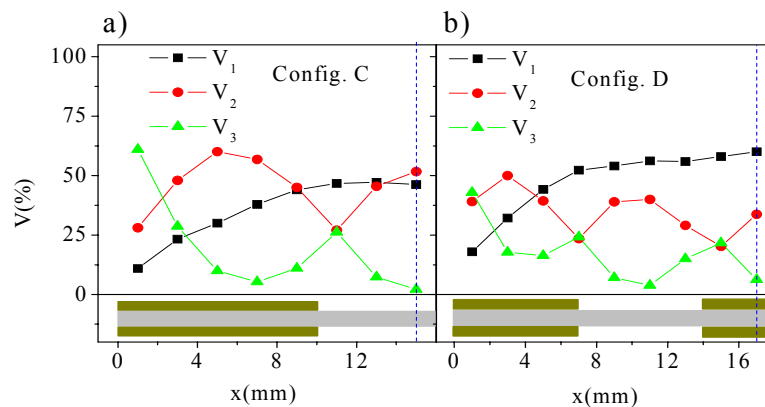


Fig. 4.61.- Evolución de los volúmenes magnéticos del núcleo con la posición x para las cintas tricapas con (a) configuración C y (b) D [TORR2008C].

El análisis de los diferentes volúmenes desde el extremo hasta la parte central de la muestra, mostrada para ambas configuraciones en las figuras 4.61, nos aclara perfectamente el comportamiento de cada región: como siempre V_1 crece

progresivamente manteniéndose constante en la parte central de la cinta; V_2 es mínimo en los extremos, tanto del núcleo como de las capas externas de CoNi, y máximo en las zonas intermedias; mientras que V_3 presenta un comportamiento totalmente opuesto a V_2 , es máximo en los extremos y mínimo en las zonas intermedias.

d) Modelo fenomenológico de imanación del núcleo con tres susceptibilidades.

El estudio de los perfiles nos ha permitido ampliar el comportamiento del acoplamiento magnetostático a toda la muestra, puesto que en las secciones anteriores solo se analizaba la parte central de la cinta, la cual estaba alejada de los extremos. El comportamiento de cada región de imanación del núcleo así como su origen lo podemos resumir del siguiente modo:

-El V_1 aumenta progresivamente desde el extremo de la cinta hasta su parte central, independientemente de la configuración y dimensiones de la fase dura. Su inversión de imanación tiene lugar principalmente por propagación de paredes y está controlada por el campo bias creado por las cargas magnéticas descompensadas de los extremos del núcleo y por algún campo bias efectivo debido al acoplamiento con las capas de CoNi.

-El V_2 es mínimo en las zonas cercanas a los extremos tanto de la fase blanda como de la dura. El flujo magnético de este volumen se concentra mayoritariamente en zonas intermedias situadas entre las cargas locales descompensadas creadas en los extremos de las diferentes capas. Su inversión de imanación tiene lugar igualmente por propagación de paredes y esta controlado principalmente por las cargas descompensadas de la fase dura.

-Por último, el V_3 aparece únicamente en las zonas muy cercanas a las cargas descompensadas de los extremos, donde las componentes no axiales del campo bias son muy fuertes. La inversión de imanación de esta región tiene lugar principalmente por rotación de dominios y la saturación total es difícil de alcanzar.

Este estudio de los ciclos de histéresis locales nos permite refinar más el modelo de imanación del núcleo que se propuso en la figura 4.53. En la figura 4.62, se presenta un nuevo modelo de imanación del núcleo donde se pueden distinguir las tres regiones con diferentes tonalidades de grises: V_1 gris claro, V_2 gris normal y V_3 gris oscuro. Para confeccionar el modelo se ha escogido una cinta tricapa con configuración B (figuras 4.58 y 4.59), sin embargo dicho modelo se puede extender a otras configuraciones teniendo en cuenta que V_2 es mínimo y V_3 es máximo cerca de los extremos de las diferentes capas y que dependen de las dimensiones de las capas.

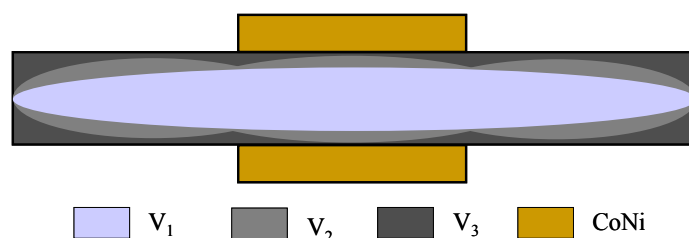


Fig. 4.62.- Modelo de tres regiones de imanación en el núcleo para una cinta tricapa con configuración B [TORR2008C].

Hasta ahora, únicamente nos hemos dedicado a estudiar la dependencia de los volúmenes de las diferentes regiones en función de la posición, sin embargo no menos interesante resulta el análisis de los campo bias intrínsecos y de las susceptibilidades. Si

nos centramos, por ejemplo, en los ciclos de histeresis de las figuras 4.58 correspondientes a cintas tricapas con configuración B podemos deducir lo siguiente:

-Tanto la región 1 como la región 2 presentan una dependencia entre su imanación (J_i) y el campo aplicado prácticamente lineal, $J_1 \sim \chi_1 H$ y $J_2 \sim \chi_2 H$. Sin embargo, la región 3, J_3 , no tiene un comportamiento bien definido con el campo magnético y presenta una dependencia del tipo $J_3 \sim H^{1/n}$, siendo n mayor que 1.

-Los valores de χ_1 y χ_2 aumentan ligeramente según nos vamos alejando de los extremos, manteniéndose constante cerca de la parte central. En el caso de configuraciones B, C y D, χ_2 experimenta una pequeña reducción en las proximidades de las cargas descompensadas de la fase dura.

-El valor H_{b1} se mantiene constante con la variación de x , sin embargo H_{b2} presenta distinto comportamiento según sea una zona del núcleo con o sin capa externa dura. Así, cuando la fase dura se encuentra preimanada positivamente, las zonas del núcleo que no están cubiertas de CoNi tienen un H_{b2} positivo, mientras que las zonas con CoNi tienen un H_{b2} negativo. Sobre el campo bias de la tercera región, H_{b3} , poco se puede decir, debido a que se necesita mucho campo magnético para saturar la región 3, con lo que resulta muy difícil calcularlo con cierta precisión.

Teniendo en cuenta estas conclusiones unido a toda la información obtenida en los apartados anteriores podemos definir la imanación total del núcleo según la ecuación (4.31), siendo f una función compleja de $H^{1/n}$, H_{b3} y x .

$$J = J_1 + J_2 + J_3 = V_1(x)[\chi_1 H + H_{b1}] + V_2(x)[\chi_2 H + H_{b2}] + V_3(x)f(H^{1/n}, H_{b3}, x) \quad (4.31)$$

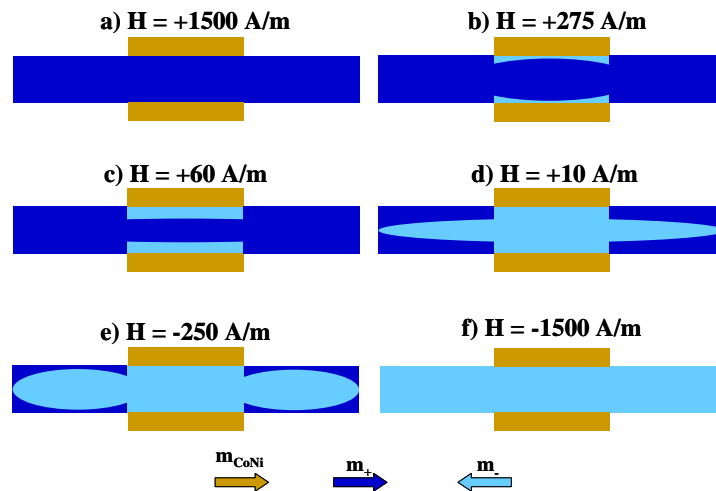


Fig. 4.63.- Esquema del proceso de inversión de la imanación de la fase blanda obtenido a partir del análisis de los perfiles de imanación en una cinta tricapa con configuración B y preimanada: $t_{\text{CoNi}} = 13 \mu\text{m}$, $l_{\text{CoNi}} = 1 \text{ cm}$ y $l_{\text{CoFe}} = 3 \text{ cm}$ [TORR2008C].

Finalmente, y tomando como ejemplo las cinta tricapa con configuración B de la gráfica 4.58b, hemos analizado el proceso completo de inversión de la imanación en el núcleo con la fase dura preimanada positivamente y desplazándonos de campo positivo a negativo, figura 4.63: (a) para $H = +1500 \text{ A/m}$, el núcleo está prácticamente saturado positivamente; (b) según vamos reduciendo el campo hasta $+275 \text{ A/m}$, se produce la rotación de los dominios magnéticos de la región 3 situada bajo la capa de CoNi; (c) entre $+275$ y $+60 \text{ A/m}$, se invierte la imanación de la región 2 cubierta por CoNi; (d) A campo cero tiene lugar la inversión de imanación de toda la región 1; (e) a campos

negativos, entre 0 y -250 A/m , se invierte la región 2 del núcleo que no esta cubierta por CoNi; (f) y finalmente, a campos negativos altos, -1500 A/m , se da la rotación de la región 3 que no presenta CoNi, momento en el cual todo el volumen del núcleo está prácticamente saturado en dirección negativa.

4.3.2 Microhilo multicapa CoFe/CoNi [TORR2007A, TORR2007C, TORR2009A, ESC2009]

Los microhilos multicapas poseen un volumen magnético dos órdenes de magnitud menor que las cintas tricapas y una anisotropía de forma que hace que el campo de bias magnetostático sea solamente apreciable para longitudes menores de 1 cm . Esto hace muy difícil poder desarrollar un análisis tan exhaustivo y complejo como en el caso de las cintas. A pesar de ello, el estudio del acoplamiento magnetostático en los microhilos multicapas ha sido llevado a cabo en función de varios parámetros: espesor de CoNi (VSM), longitud de CoNi y espesor de la capa intermedia de vidrio (sistema inductivo AC).

En la figura 4.64, se observa los ciclos de histéresis de un microhilo multicapa CoFe/CoNi, $t_{\text{CoNi}} = 4 \text{ }\mu\text{m}$ y $l_{\text{CoNi}} = l_{\text{CoFe}} = 6 \text{ mm}$, con la capa de CoNi desimanada y preimanada a $\pm 80 \text{ kA/m}$. El desplazamiento de la imanación del núcleo producido por el campo bias toma un valor de 48 A/m . En esta muestra se empieza distinguir levemente la aparición de una segunda región de baja susceptibilidad para los ciclos preimanados.

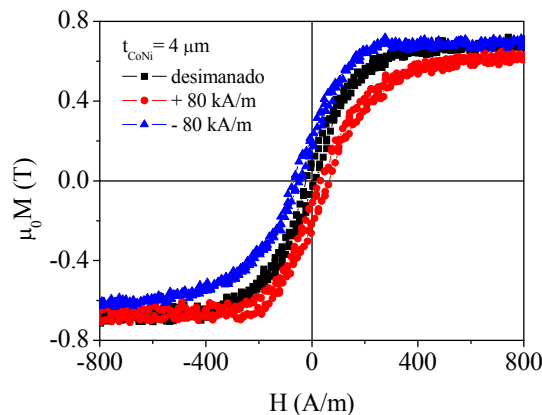


Fig. 4.64.-Ciclos de histéresis a campo bajo de un microhilo multicapa CoFe/CoNi, $t_{\text{CoNi}} = 4 \text{ }\mu\text{m}$ y $l_{\text{CoNi}} = l_{\text{CoFe}} = 6 \text{ mm}$, con la capa externa dura desimanada y preimanada a $\pm 80 \text{ kA/m}$, respectivamente [TORR2009A].

4.3.2.1 Influencia del espesor de CoNi [TORR2009A, ESC2009]

En la figura 4.65 se observan los ciclos de histéresis a campo bajo para microhilos multicapas CoFe/CoNi en función de t_{CoNi} , en el rango entre 0 y $11 \text{ }\mu\text{m}$ manteniendo constante las longitudes de las diferentes capas magnéticas, $l_{\text{CoNi}} = l_{\text{CoFe}} = 6 \text{ mm}$. Para cada muestra se presenta el ciclo de histéresis con la fase dura desimanada y preimanada a $\pm 80 \text{ kA/m}$, para demostrar que no solo el efecto del desplazamiento sino también de la asimetría (aparición de la segunda región con susceptibilidad baja), es debido exclusivamente al acoplamiento magnetostático. La dependencia del

acoplamiento magnetostático en función del espesor de la fase dura presenta dos comportamientos:

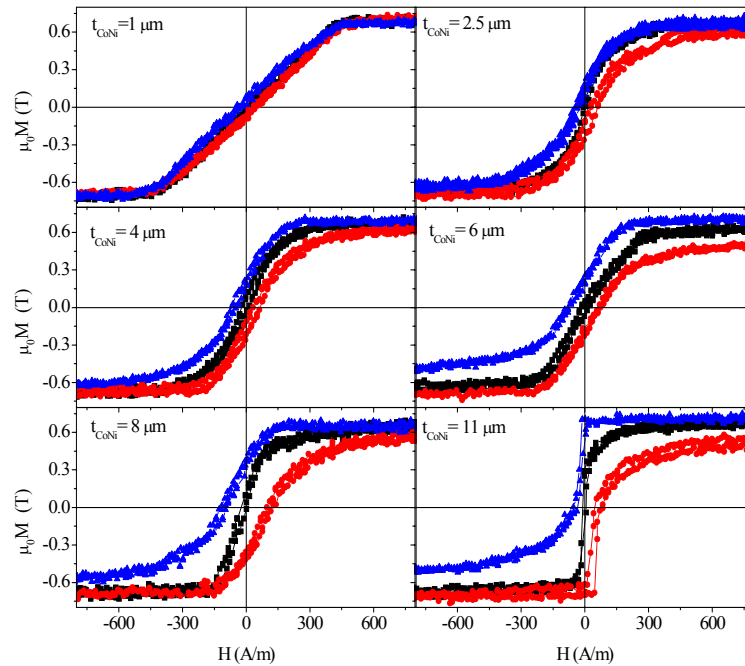


Fig. 4.65.-Ciclos de histéresis a campo bajo de microhilos multicapas CoFe/CoNi, para diferentes espesor y estado magnético de la fase dura de CoNi: desimantado (■) y preimantado a + 800 (●) y -800 kA/m (▲).

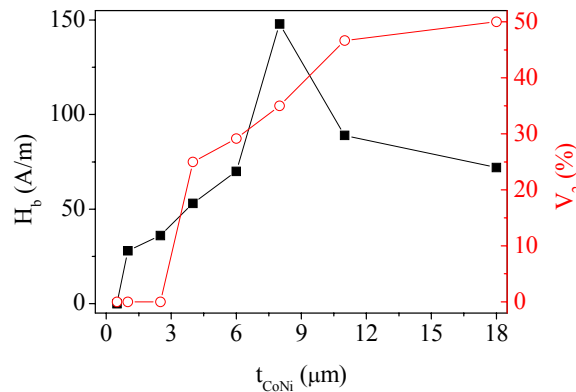


Fig. 4.66.- Dependencia del campo bias y del volumen magnético de la 2ª región de imanación del núcleo en función del espesor de la capa externa de CoNi [TORR2009A].

-Un incremento del desplazamiento de la curva de imanación de la fase blanda (campo bias) con el espesor hasta un valor de $8 \mu\text{m}$, donde experimenta una fuerte reducción disminuyendo ligeramente para espesores superiores, figura 4.66. Para explicar este comportamiento, podemos dividir la capa externa en nanotubos de espesor fraccional δt_{CoNi} y radio interno r_{int} . Según r_{int} va incrementando, los respectivos nanotubos se encuentra cada vez más alejado del núcleo blando y su campo bias fraccional δH_b es cada vez menos intenso. A partir de un r_{int} crítico el δH_b es cero, y el H_b es máximo (en nuestro caso esta situación se produce para $t_{\text{CoNi}} = 8 \mu\text{m}$). El origen del ligero decrecimiento de H_b a altos espesores no está claro, aunque se puede ser atribuido a un cambio de estructura de la fase dura.

-La aparición de una segunda región de imanación en el núcleo que posee una susceptibilidad muy pequeña, como consecuencia de la inhomogeneidad del campo bias. Usamos la misma nomenclatura que para las cintas tricapas,

denotando la región 1 y 2 a la zona con alta susceptibilidad, χ_1 , y baja susceptibilidad, χ_2 , respectivamente. Así el volumen magnético de la región 2, V_2 , se va haciendo más notable a medida que incrementamos el espesor de la capa de CoNi, figura 4.66. La susceptibilidad χ_1 aumenta con t_{CoNi} y presenta prácticamente el mismo valor que la susceptibilidad del ciclo desimanado, con lo que su comportamiento va a estar gobernada por el acoplamiento magnetoelástico, analizado en la sección anterior, 4.2.1.1.

4.3.2.2 Influencia de la longitud de CoNi [ESC2009]

La longitud de la fase dura también juega un papel fundamental en el estudio del acoplamiento magnetostático, lo cual está en coherencia con el hecho de que la influencia de la anisotropía de forma es mayor con la reducción de la longitud del microtubo externo [ESC2007]. En las figuras 4.67-4.70 se puede observar la variación de los ciclos de histéresis a campo bajo y preimanados a $\pm 40 \text{ kA/m}$ en función la longitud del microhilo para diferentes $t_{\text{CoNi}} = 4, 6, 8$ y $11 \mu\text{m}$, respectivamente. El rango de longitud analizado se encuentra entre 3 y 0.3 cm . En primer lugar, se ve claramente un aumento del campo bias con la reducción de l_{CoNi} para los diferentes espesores de la capa externa analizados, figura 4.71. Para longitudes superiores a 1 cm , H_b es prácticamente cero o próximo a él en todo el rango de espesores. Para 1 cm , solamente los microhilos con mayor espesor de CoNi presentan un H_b apreciable. A medida que reducimos la longitud desde 1 cm , H_b crece según la expresión:

$$H_b \approx (l_{\text{CoNi}})^{-n} \quad (4.32)$$

Donde el exponente n varía entre 1.5 y 3 según el espesor de la capa externa. Además del típico desplazamiento de los ciclos de histeresis, se aprecia nuevamente la aparición de una asimetría en las curvas de inversión de la fase blanda a medida que reducimos la longitud de la capa externa. Así, para l_{CoNi} superiores a 1 cm las curvas de imanación del núcleo de CoFeSiB presentan generalmente un comportamiento simétrico con una única región de imanación con susceptibilidad χ_1 . Para l_{CoNi} menores a 1 cm , las curvas de histéresis presentan una forma asimétrica caracterizada por la presencia de una segunda región con susceptibilidad pequeña χ_2 . La susceptibilidad χ_2 va decreciendo a medida que lo hace l_{CoNi} , lo cual se aprecia de manera más nítida en el microhilo de mayor t_{CoNi} , figura 4.70. Hay que puntualizar que la segunda región posee una distribución de susceptibilidades entorno a un valor pequeño.

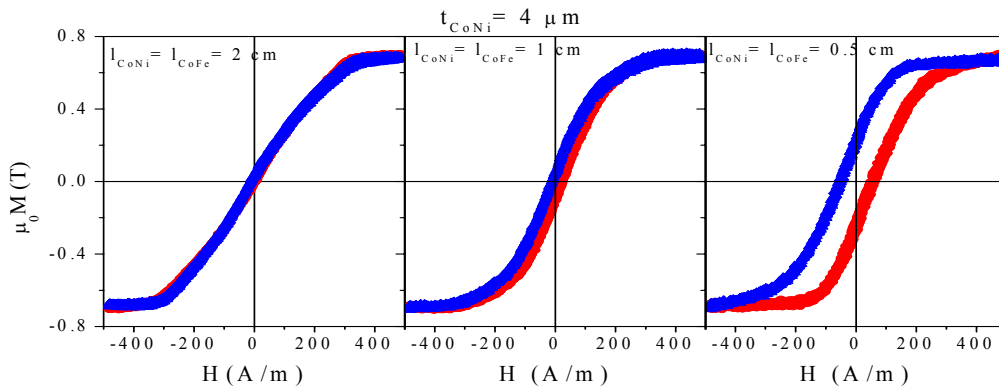


Fig. 4.67.-Ciclos de histéresis a campo bajo y preimanados a $\pm 40 \text{ kA/m}$ de un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 4 \mu\text{m}$ y diferentes longitudes.

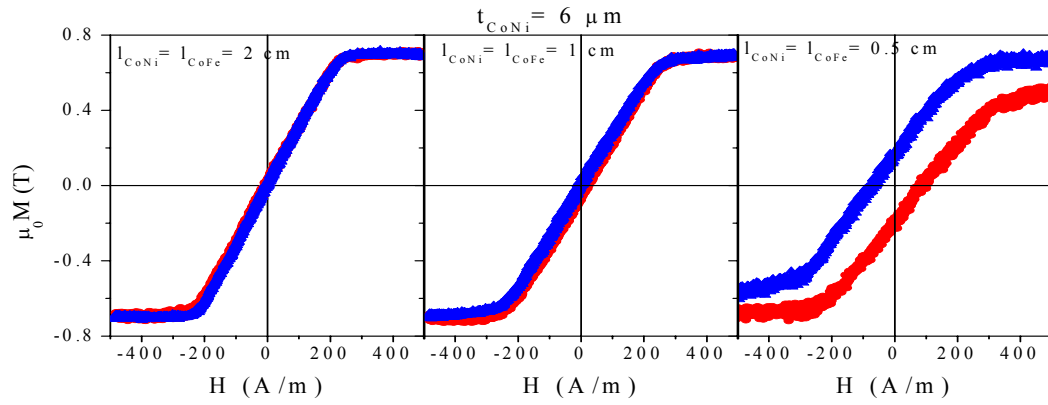


Fig. 4.68.-Ciclos de histéresis a campo bajo y preimanados a ± 40 kA/m de un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 6$ μm y diferentes longitudes.

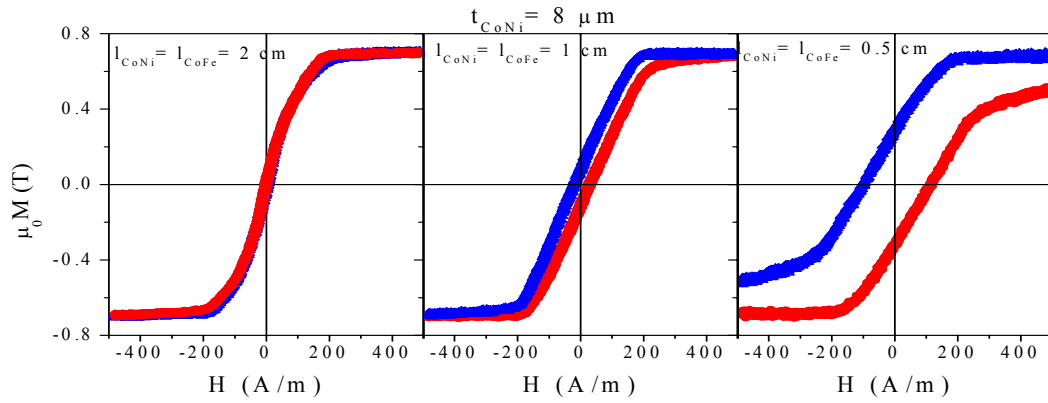


Fig. 4.69.-Ciclos de histéresis a campo bajo y preimanados a ± 40 kA/m de un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 8$ μm y diferentes longitudes.

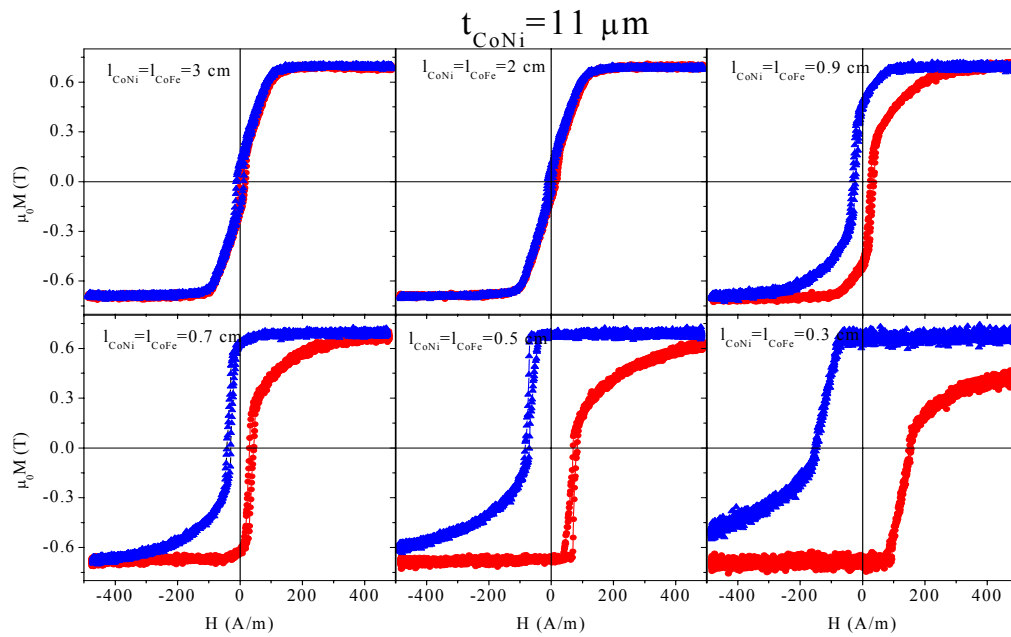


Fig. 4.70.-Ciclos de histéresis a campo bajo y preimanados a ± 40 kA/m de un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 11$ μm y diferentes longitudes [ESC2009].

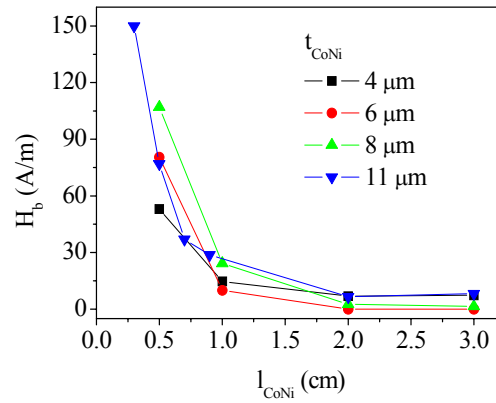


Fig. 4.71.- Dependencia del campo bias con la longitud de la fase dura para diferente espesores t_{CoNi} .

En estas medidas se ha variado tanto la longitud de la fase dura como la de la fase blanda, sin embargo en el rango de longitudes estudiado la influencia del campo desimanador de la fase blanda prácticamente es despreciable, con lo que todo el cambio producido en los ciclos de histéresis es debido al campo bias de la fase dura. Teniendo en cuenta las expresiones (4.33) [CHE2006] correspondientes a los factores desimanadores magnetométrico (N_m) y fluxométrico (N_f) de un material con geometría cilíndrica de radio R y longitud L ($\gamma=L/R$), podemos demostrar que para nuestro núcleo de CoFeSiB con $R= 8.5 \mu m$ ambos factores de desimanación son prácticamente nulos para longitudes superiores a un par de milímetros, figura 4.72:

$$N_f = \frac{1}{\gamma^2} \left(\ln 2\gamma - \frac{3}{2} \right) \quad (4.33)$$

$$N_m = \frac{3}{2\gamma^2} \left(\ln 4\gamma - \frac{7}{3} \right)$$

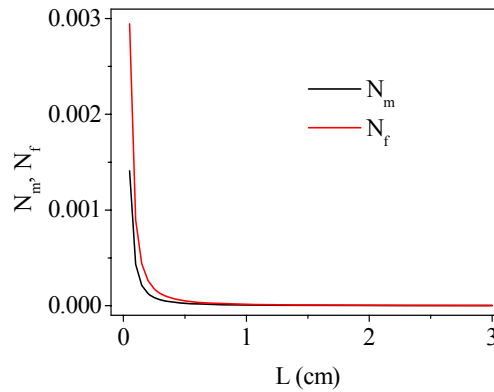


Fig. 4.72.- Factor desimanador magnetométrico y fluxométrico en función de la longitud del núcleo de CoFe.

4.3.2.3 Influencia del espesor de vidrio

Con el fin de ver la influencia del espesor de vidrio (t_g) en el acoplamiento magnetostático, hemos seleccionado tres series de microhilos multicapas CoFe/CoNi con igual diámetro de núcleo (17 μm) y espesor de capa externa, pero diferente espesor

de capa intermedia de vidrio, figuras 4.73: (a) 12, (b) 8.5 y (c) 4 μm . Para cada serie de microhilos se ha representado tres gráficas con diferentes valores de t_{CoNi} : 0, 6 y 11 μm . La longitud de los microhilos ha sido fijada en 6 mm.

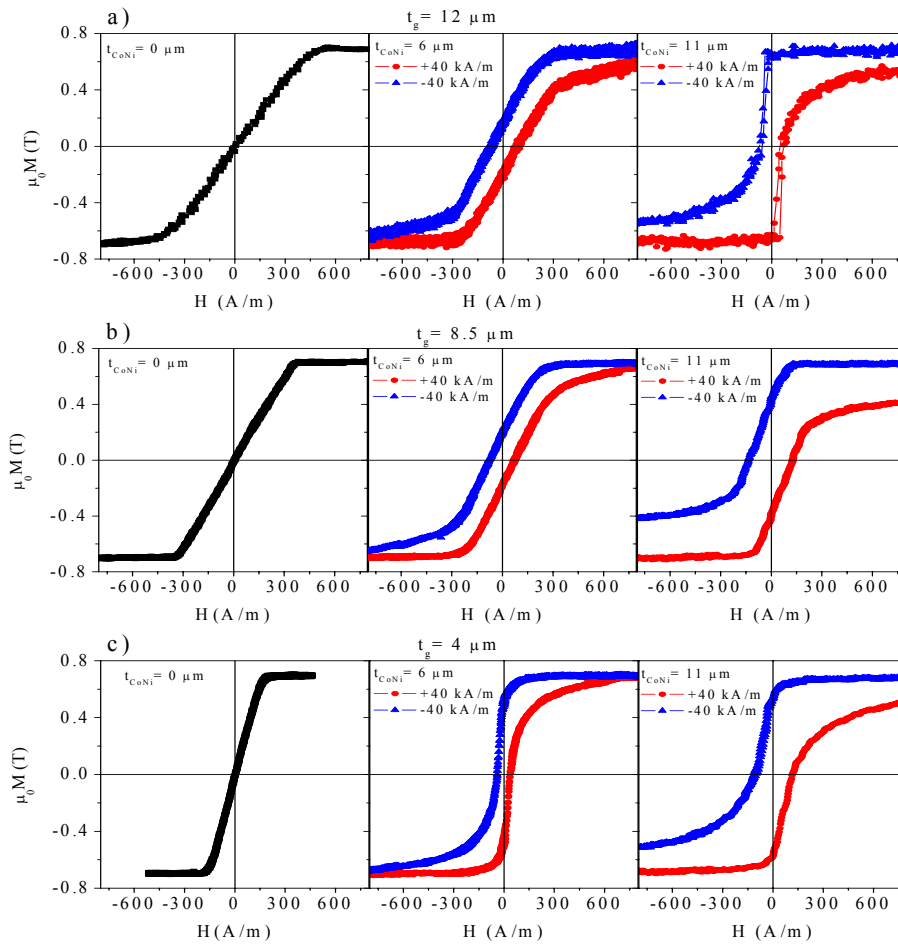


Fig. 4.73.- Ciclos de histeresis a campo bajo y preimanados a ± 40 kA/m correspondiente a tres serie de microhilos diferente espesor de vidrio: (a) 12, (b) 8.5 y (c) 4 μm . Para cada serie se ha medido para diferente t_{CoNi} .

Realmente, no se observa una dependencia clara del campo bias a medida que vamos reduciendo el espesor de la capa aislante intermedia, figura 4.74. Aunque en principio cabe esperar que al ir reduciendo la distancia que separa ambas fases magnéticas, el campo bias que siente el núcleo sea más fuerte, hay que tener en cuenta también que el diámetro externo e interno correspondiente a la capa externa de CoNi se va reduciendo también. Con lo que a pesar de estar más cerca ambas capa magnéticas, el campo bias de la fase dura va disminuyendo, compensándose un efecto con otro.

Por otro lado, si nos fijamos en los ciclos de los microhilos sin capa externa (simétricos y con $H_b = 0$), el aumento del espesor del vidrio produce un aumento del campo de anisotropía circular, a consecuencia de las tensiones internas inducidas durante el proceso de solidificación ultrarrápido [CHIR2006].

Por último, hay que destacar que a pequeños t_g , la susceptibilidad de la región 1, χ_1 , se mantiene prácticamente invariable con t_{CoNi} . Lo cual sustenta la hipótesis de que la capa de vidrio desempeña un papel fundamental durante el proceso de electrodeposición de la capa externa, como amplificador de tensiones internas.

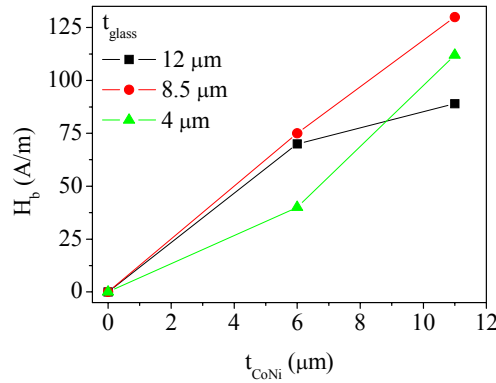


Fig. 4.74.- Evolución del H_b en función del espesor de la fase dura para diferentes espesores de vidrio.

4.3.2.4 Modelo fenomenológico M-H

El modelo de imanación de la fase blanda del microhilo multicapa CoFe/CoNi que proponemos es bastante similar al modelo propuesto de las cintas tricapas (4.62). Tenemos dos regiones: la de alta susceptibilidad χ_1 y menos afectada por el campo bias de la fase dura se situaría en la parte más interna del núcleo y alejada a la misma vez de la capa externa; mientras que la región de baja susceptibilidad χ_2 se situaría en las zonas externas del núcleo cercano a las cargas descompensadas de la capa de CoNi, figura 4.75. La región 2 englobaría a toda una distribución de susceptibilidades de pequeño valor. A diferencia de las cintas, en los microhilos multicapas las dos regiones están controladas en gran medida por la capa externa. Así la región 1 reduce su susceptibilidad a medida que su espesor crece vía acoplamiento magnetoelástico. La región 2 depende también de la fase dura pero está determinada por el acoplamiento magnetostático, por lo tanto su espesor como su longitud controlan dicha región. La longitud de la fase blanda, prácticamente no afecta al estudio del acoplamiento magnetostático, puesto que su factor desimanador presenta valores nulos para longitudes mayores de 2 mm, que es nuestro rango de estudio.

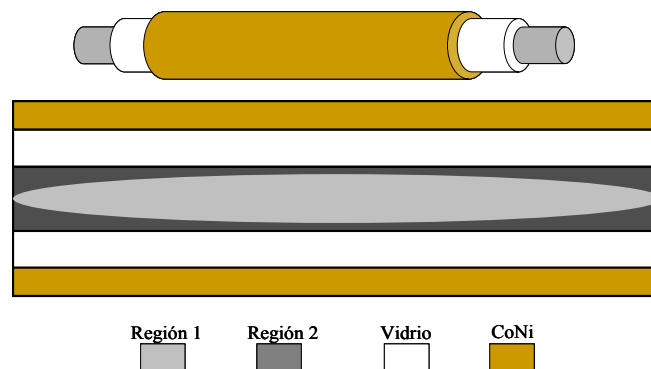


Fig. 4.75.-Corte transversal del modelo de dos regiones de imanación en el núcleo para un microhilo multicapa CoFe/CoNi.

El proceso de inversión de la imanación en el núcleo y con la fase dura en su estado remanente positivo se ilustra en la figura 4.76: a 1200 A/m, el núcleo está prácticamente saturado en la dirección positiva; si reducimos el campo hasta 200 A/m se invierten los dominios de la región 2 mediante rotación ayudados por el campo bias de la fase dura; de 200 a -200 A/m se produce la inversión de imanación de la región 1,

principalmente por rotación (aunque también una pequeña parte interna del núcleo se invierte por propagación de paredes), encontrándose todo el núcleo saturado en la orientación negativa. En el caso de preimaneación negativa el proceso sería inverso, primero la rotación de la región 1 y después la región 2.

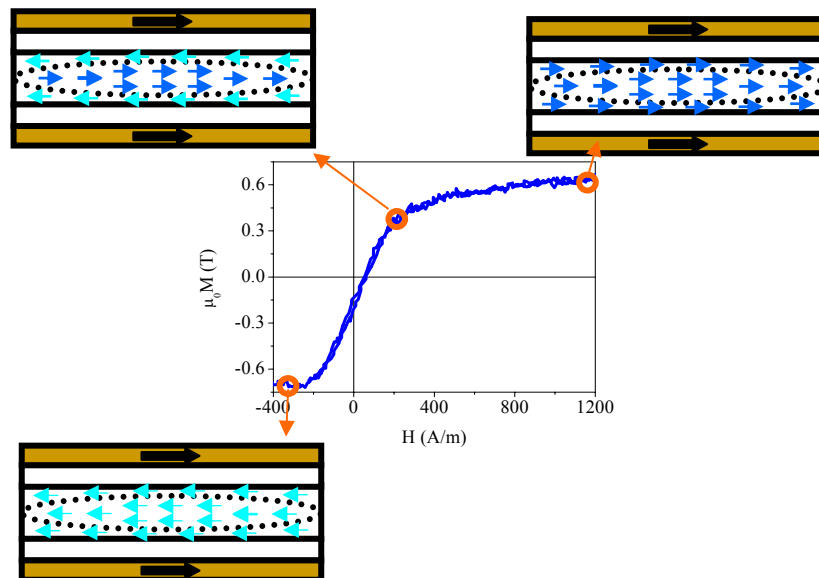


Fig. 4.76.- Esquema del proceso de inversión de la imanación de la fase blanda en un microhilo multicapa CoFe/CoNi preimaneado positivamente

4.3.3 Microhilo multicapa Fe/CoNi [GAB2008,TORR2008B]

Continuamos el análisis del acoplamiento magnetostático en microhilos multicapas (núcleo blando y capa externa dura) pero cambiando el núcleo de CoFeSiB por una aleación de FeSiB que presenta un comportamiento biestable y cuya inversión de imanación se produce principalmente mediante la propagación de una única pared de dominio. El acoplamiento magnetostático va a ser similar a las anteriores familias en términos de desplazamiento y asimetría de la imanación de la fase blanda, sin embargo el proceso de inversión va a diferir bastante por el hecho de entrar en juego diferentes mecanismos de imanación: rotación y la propagación de paredes de dominios.

4.3.3.1 Influencia del espesor de CoNi

La figura 4.77 muestra los ciclos de histéresis a campo bajo para microhilos multicapas Fe/CoNi ($l_{CoNi} = l_{CoFe} = 6 \text{ mm}$) en función del espesor de la fase dura, en el rango entre 0 y $4.5 \text{ }\mu\text{m}$. Para cada valor de espesor se ha representado los ciclos con diferente configuración magnética de fase dura. En estos ciclos biestables, la asimetría (cuando la fase dura esta preimaneada) se caracteriza por la presencia en una de las ramas del ciclo de un tramo que se invierte mediante rotación de dominios mientras que la otra rama se invierte prácticamente por propagación de paredes de dominios. Así, cuando la fase dura esta preimaneada positivamente (negativamente), la zona que se invierte por rotación de dominios aparece solamente en la rama superior del ciclo (inferior), es decir de $+1600 \text{ A/m}$ a -1600 A/m . El volumen magnético de esta región

aumenta con el espesor de la fase dura, lo cual fue también observado en la sección 4.2.1.2 en los ciclos desimanados, y se debe al acoplamiento magnetoelástico. A partir de $3 \mu m$, los ciclos preimanados empiezan a presentar rotación de dominios en ambas ramas; y finalmente, para el espesor crítico de $4.5 \mu m$, la biestabilidad se ha destruido por completo, y toda la inversión de la imanación del núcleo se produce por rotación.

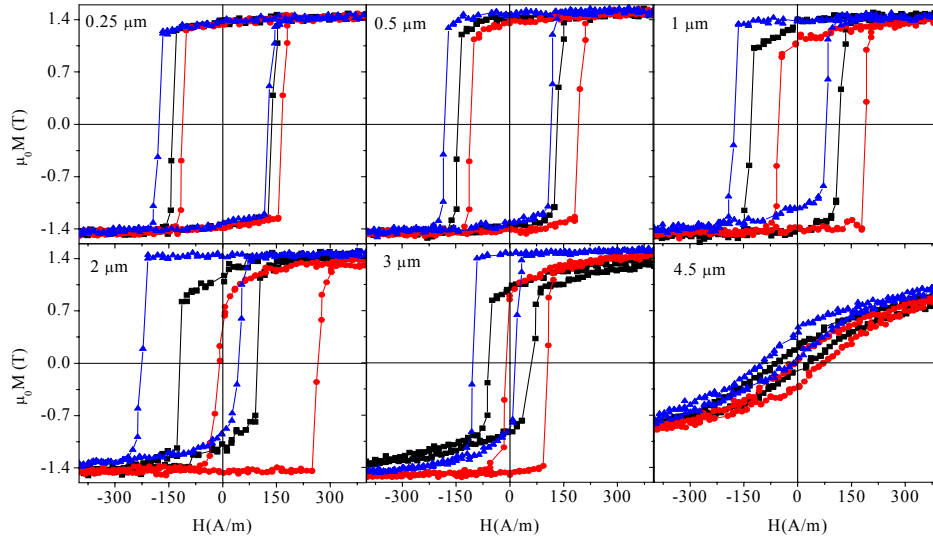


Fig. 4.77.-Ciclos de histéresis a campo bajo de microhilos multicapas Fe/CoNi, para diferentes espesor y estado magnético de la fase dura de CoNi: desimanado (■) y preimanado a + 800 (●) y -800 kA/m (▲).

Por otro lado y en todo rango de espesores de la capa externa, no se aprecia un cambio apreciable en el valor de campo de switching entre el ciclo desimanado y sus correspondientes ciclos preimanados. Por lo tanto, queda claro, que el valor del campo switching esta determinado completamente por el acoplamiento magnetoelástico.

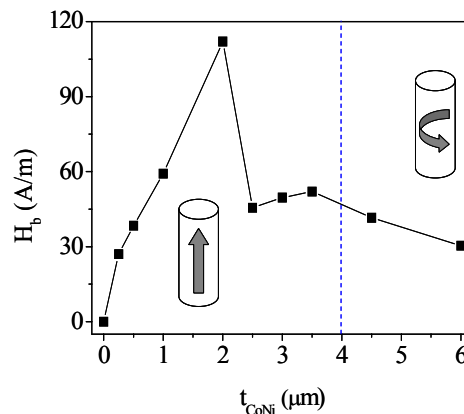


Fig. 4.78.- Dependencia del campo bias en función del espesor de la capa externa de CoNi.

La evolución del campo magnetostático bias con el espesor de la capa de CoNi, figura 4.78, muestra un aumento a espesores pequeños hasta un cierto valor crítico, $2 \mu m$, a partir del cual experimenta repentinamente un fuerte decrecimiento, volviendo a decrecer nuevamente pero a un ritmo más lento para espesores mayores de $3 \mu m$, donde la anisotropía del núcleo ha cambiado de axial a circular. En este valor crítico, alrededor de $t_{CoNi} = 2 \mu m$, la fuerte reducción de H_b se puede deber a un cambio de estructura magnética en el núcleo, como ya se sugirió en el estudio del acoplamiento magnetoelástico: desaparición de los dominios radiales de la superficie y crecimiento de una región con dominios circulares.

4.3.3.2 Modelo fenomenológico M-H

La inversión de la imanación del núcleo para un microhilo multicapa Fe/CoNi (con biestabilidad) preimanado positivamente se ilustra en la figura 4.79: a) A 400 A/m todo el núcleo se encuentra saturado positivamente; b) de 400 a -150 A/m , se produce la rotación de dominios de la parte externa del núcleo más próxima a las cargas descompensadas de la fase dura, ayudados por la acción del campo bias que presenta un valor negativo y alto; c) en -150 A/m se produce la inversión de la parte interna, menos afectada por la acción del campo bias, mediante el desencanche y propagación de un única pared de dominio⁵, estando todo el núcleo saturado negativamente; d) Si volvemos a campo negativo, la inversión de imanación se produce de distinta manera, acorde con su comportamiento asimétrico, con lo que el campo bias impide que la parte externa rote y prácticamente todo el núcleo se invierte mediante la propagación una pared a un valor de 250 A/m . Para la capa dura preimanada en la otra dirección, el proceso de inversión de la imanación se da en la rama inferior del núcleo, es decir, desplazándonos de campo negativo a positivo.

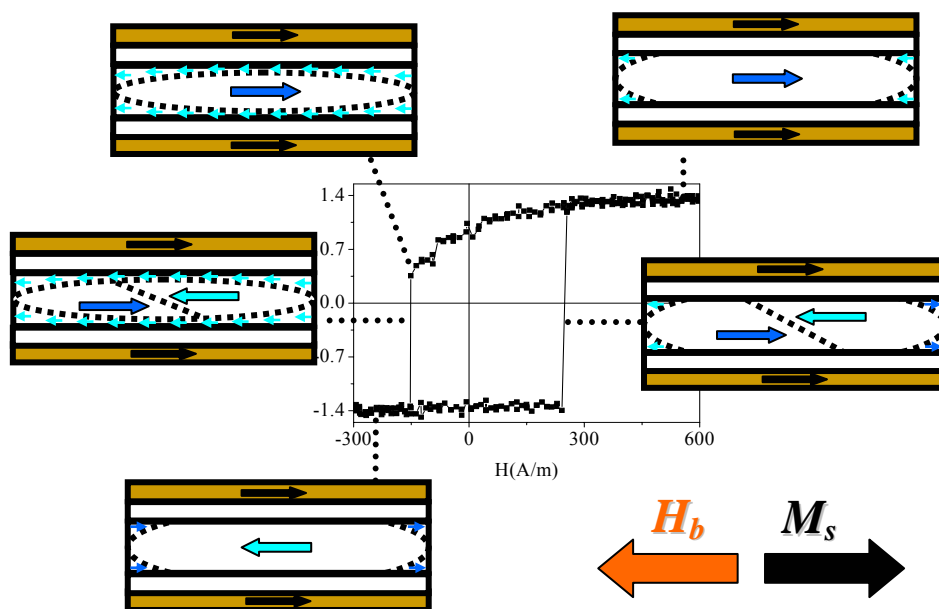


Fig. 4.79.- Esquema del proceso de inversión de la imanación de la fase blanda en un microhilo multicapa Fe/CoNi preimanado positivamente.

4.3.4 Hilo bicapa CoFe/CoNi [VAZ2007B]

Para finalizar el análisis del acoplamiento magnetostático en los sistemas bifásicos núcleo blando/capa externa dura, se ha analizado el comportamiento en hilos bicapas, donde a diferencia de los anteriores sistemas, microhilos y cintas, el volumen magnético de la fase blanda predomina ampliamente sobre el de la fase dura, en el rango típico de espesores de CoNi estudiados en la tesis. A pesar de lo cual, el campo polarizador influye esencialmente en el desplazamiento de la imanación del núcleo de

⁵ Generalmente, como se observó en la figura 4.77, la inversión de la imanación de la parte interna presenta más de un salto abrupto, lo cual sugiere que haya más de una pared propagándose o que hay una única pared que se va desencanchando y enganchando a lo largo del microhilo en su desplazamiento de un extremo a otro.

CoFeSiB. En la figura 4.80, podemos observar los ciclos de histeresis a campo bajo de hilos bicapas CoFe/CoNi con diferente espesor y preimanección (± 800 kA/m) de capa externa de CoNi. El desplazamiento de las curvas de imanación del núcleo es proporcional a t_{CoNi} ($H_b = 21.8t_{\text{CoNi}} - 43.8$), figura 4.81. En este caso, los valores de campo bias son bastante más altos, que los obtenidos en los microhilos multicapas CoFe/CoNi en el mismo rango de espesores, lo cual es debido al notable aumento del diámetro interno y externo de la capa externa.

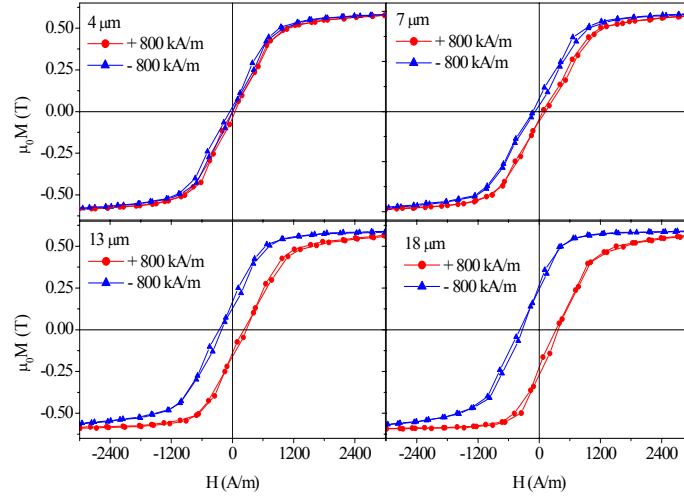


Fig. 4.80.-Ciclos de histéresis a campo bajo de hilos bicapas CoFe/CoNi para diferentes espesores de CoNi preimanados a ± 800 kA/m.

La apreciación de la segunda región con susceptibilidad baja en la imanación de la fase blanda, no es observable hasta espesores iguales o superiores a $13 \mu\text{m}$, como consecuencia del gran diámetro que posee el núcleo, $120 \mu\text{m}$, en comparación con el espesor de la fase dura, $0-18 \mu\text{m}$. El volumen de la región con alta susceptibilidad (V_1) es bastante mayor que el volumen con baja susceptibilidad (V_2), en todo el rango de espesores, presentando porcentajes entorno al 80 % para el espesor máximo de $18 \mu\text{m}$.

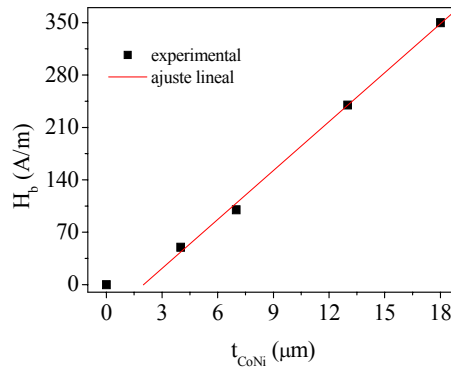


Fig. 4.81.-Dependencia del campo bias en función del espesor de CoNi en hilos bicapas CoFe/CoNi.

Por último, hay que señalar que la susceptibilidad de la zona V_1 , no se ve modificada por el espesor de la fase dura, debido a la ausencia de capa intermedia de vidrio, siendo el acoplamiento magnetoelástico totalmente despreciable.

A pesar de no haberse realizado el estudio del acoplamiento magnetostático en función de las longitudes de las capas magnéticas, parece bastante razonable que siga el mismo comportamiento de las cintas: la l_{CoNi} controlaría la susceptibilidad de V_2 y l_{CoFe} la susceptibilidad de V_1 .

4.3.5 Microhilo multicapa FePt/FeNi [TORR2008A]

Los microhilos multicapas FePt/FeNi con configuración magnética opuesta a los cuatro sistemas bifásicos anteriormente analizados, núcleo duro y capa externa dura blanda, muestran igualmente una interacción magnetostática entre ambas capas magnéticas. En este caso, el acoplamiento magnetostático reside en las cargas descompensadas de los extremos del núcleo preimanado, las cuales crean un campo magnetostático externo que afectan de manera considerable a la imanación de la capa externa blanda.

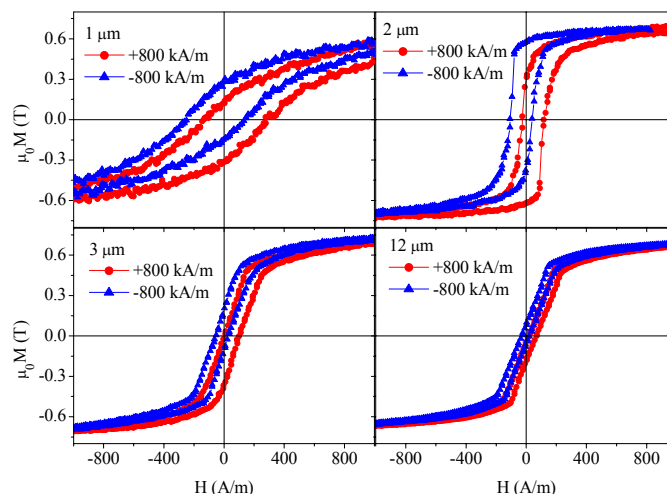


Fig. 4.82.-Ciclos de histéresis a campo bajo de microhilos multicapas FePt/FeNi preimanados a ± 800 kA/m para diferentes valores de t_{FeNi} .

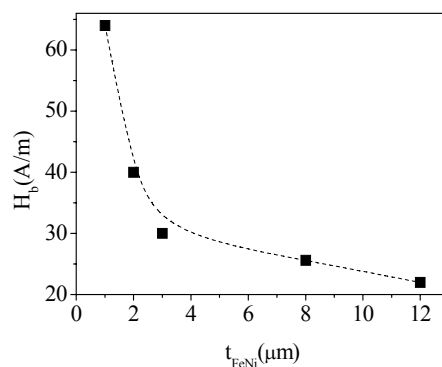


Fig. 4.83.-Evolución del campo bias con el espesor de la capa externa blanda en microhilos multicapas FePt/FeNi.

La figura 4.82 muestra los ciclos de histeresis a campo bajo correspondientes a microhilos FePt/FeNi preimanados a ± 800 kA/m y con diferente t_{FeNi} . Como era de esperar y a pesar de ser un sistema con configuración magnética totalmente opuesta, el desplazamiento de la imanación de la fase blanda sigue el mismo comportamiento. La dependencia del campo bias con el espesor de la capa externa blanda está representada en la figura 4.83. Se observa una fuerte reducción del H_b en el rango de 0 a 3 μm . A partir de dicho espesor el decrecimiento es mucho más suave. Esta evolución es totalmente coherente, ya que a medida que vamos aumentando el espesor de la capa externa, las nuevas capa micrométricas depositadas están menos afectadas por el campo bias del núcleo, por el simple hecho de estar más alejadas de sus cargas descompensadas. Finalmente, la reducción del campo coercitivo así como el aumento de

la susceptibilidad de la capa de FeNi con el aumento de su espesor, nada tiene que ver con el efecto magnetostático y dicho comportamiento había sido ya observado en microtubos de FeNi (figura 4.18a). Finalmente, reseñar que en esta familia de microhilos el campo bias de la fase dura únicamente introduce un desplazamiento en las curvas de imanación de la fase blanda y no una asimetría como ocurría en los anteriores materiales bifásicos.

Capítulo 5

Análisis a altas frecuencias

En este capítulo vamos a analizar la respuesta a alta frecuencia (desde el rango de *MHz* hasta los *GHz*, microondas) de los sistemas bifásicos acoplados magnéticamente. En concreto, nos vamos a centrar en los microhilos multicapas CoFe/CoNi y Fe/CoNi. El hecho de que estos sistemas presenten una capa intermedia de vidrio entre ambas fases magnéticas les hace ideales para su estudio a altas frecuencias. Esto se debe a que para excitar la imanación del núcleo necesitamos un campo excitador de RF, el cual lo conseguimos mediante la aplicación de una corriente AC en dicho núcleo. Por lo tanto, la presencia de la capa aislante de vidrio permite que la corriente excitadora circule únicamente por el núcleo, y evita que se propague por la fase dura.

Estudiamos dos fenómenos magnéticos presentes a altas frecuencias: la magetoimpedancia gigante (GMI) y la resonancia ferromagnética (FMR). Ambos fenómenos han sido relativamente estudiados en microhilos recubiertos de vidrio, pero nunca antes en microhilos multicapas. En este apartado, mostraremos la influencia del acoplamiento magnético introducido por la capa externa dura en el comportamiento de la impedancia del núcleo a altas frecuencias.

5.1 Magnetoimpedancia gigante (GMI)

El procedimiento de medida de la magnetoimpedancia (MI) llevado a cabo en microhilos multicapas es muy similar al usado en el apartado 4.3, acoplamiento magnetostático. Hemos analizado la MI del núcleo a campo bajo para diferentes estados magnéticos de la capa externa (desimanado y preimanado en ambas direcciones) para las familias de microhilos multicapas CoFe/CoNi y Fe/CoNi. Por la bibliografía, es conocido que los microhilos recubiertos de vidrio ricos en CoFe presentan una MI con comportamiento de doble pico y gran sensibilidad mientras que los ricos en Fe presentan un comportamiento de pico simple con una sensibilidad muy pequeña [KRA1999]. La presencia de la capa externa modifica considerablemente la MI del núcleo en los dos sistemas:

- las tensiones internas (efecto magnetoelástico) introducen una anisotropía efectiva axial (núcleo CoFe) o transversal (núcleo Fe) que cambia la MI de doble pico a pico simple o viceversa según el tipo de núcleo analizado.

- El campo bias (efecto magnetostático) desplaza las curvas de MI, según la orientación del campo de preimanación, e induce una asimetría poniendo de manifiesta la inhomogeneidad del campo bias.

El análisis de GMI se ha realizado en microhilos multicapas con una longitud de fase blanda y dura de 6 y 5 *mm*, respectivamente.

5.1.1 Microhilo multicapa CoFe/CoNi [TORR2009A]

La figura 5.1 muestra la MI de un microhilo multicapa CoFe/CoNi con una capa externa de $4\ \mu\text{m}$ de espesor y diferentes estados magnéticos: desimanada y preimanada a $\pm 80\ \text{kA/m}$. La frecuencia y amplitud de la onda electromagnética son $50\ \text{MHz}$ y $5\ \text{dBm}$, respectivamente. Cuando la capa externa de CoNi está desimanada (1), $H_b=0$, la MI del núcleo muestra un comportamiento típico de doble pico sin desplazamiento y simétrico. Si la capa externa dura es preimanada positivamente (2), el campo bias desplaza la curva de MI a campos positivos, acorde con los resultados obtenidos en los ciclos de histeresis, apartado 4.3.2. Además del típico desplazamiento, se observa una asimetría en la amplitud de los dos picos, la cual está relacionada directamente con la inhomogeneidad del campo bias. El pico a campos negativos presenta mayor amplitud que el pico a campo positivo. Si la capa de CoNi es preimanada en la dirección negativa (3), la MI del núcleo presenta un comportamiento totalmente opuesto: desplazamiento de la MI a campos negativos y mayor amplitud del pico situado en campos positivo. Finalmente hay que reseñar que la amplitud de los picos de MI sufren una ligera reducción en la caso en que la fase dura se encuentra imanada.

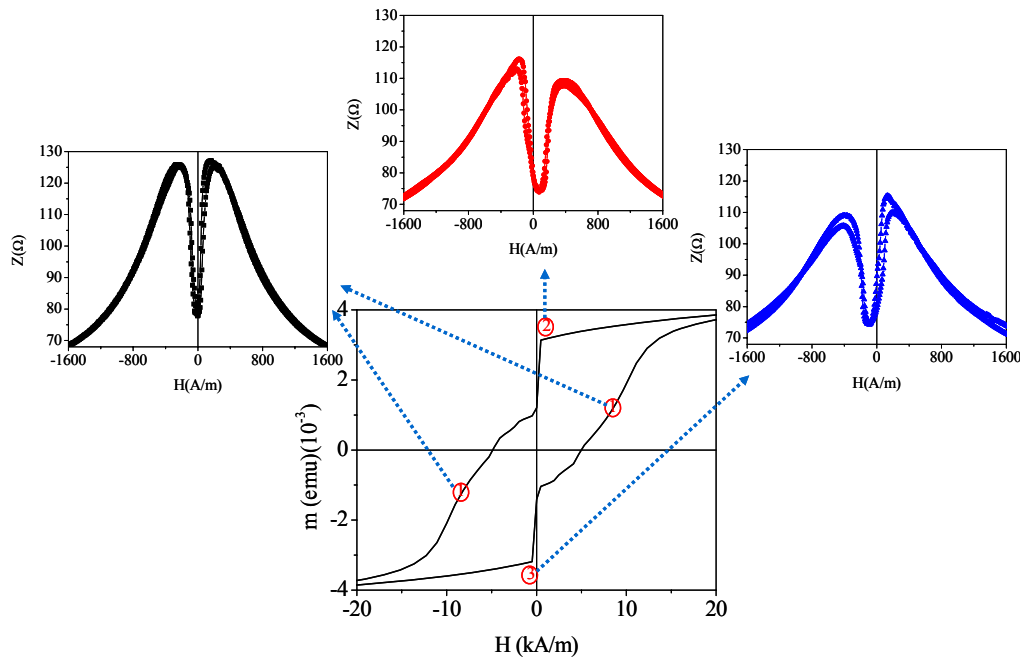


Fig. 5.1.- MI de un microhilo multicapa CoFe/CoNi, $t_{\text{CoNi}}=4\ \mu\text{m}$, con diferentes estados magnéticos de la capa externa como indica el ciclo de histéresis a alto campo (■ desimanado, ● preimanado positivamente $+80\ \text{kA/m}$ y ▲ negativamente a $-80\ \text{kA/m}$). La amplitud y frecuencia de la onda excitadora son $5\ \text{dBm}$ y $50\ \text{MHz}$

Numerosos trabajos previos en microhilos recubiertos de vidrio han demostrado que dicho comportamiento asimétrico en los picos es debido a la existencia de una anisotropía helicoidal, bien de forma espontánea o inducida por torsión, tratamientos térmicos o campo estático circular generado por la aplicación de una corriente DC axial en el núcleo [PAN1999,KIM1999,ZHU2000,GOM2001]. Sin embargo, en el caso de los microhilos multicapas la asimetría tiene un origen diferente: la inhomogeneidad del campo bias que genera dos regiones con diferente susceptibilidad. Si nos fijamos en la curva con preimanación positiva (negativa) y lo comparamos con el correspondiente ciclo de histéresis de la figura 4.64, el pico de menor intensidad que aparece a campos

positivos (negativos) correspondería a la zona de menor susceptibilidad, χ_2 , mientras que el pico más alto situado en campos negativos (positivos) sería de la región con mayor susceptibilidad χ_1 .

a) Influencia del espesor de CoNi

El comportamiento de la MI está fuertemente afectado por las dimensiones de la capa de CoNi. En la figura 5.2 se puede observar la evolución de MI para microhilos con diferente t_{CoNi} . Para cada microhilo se ha medido la MI para diferentes estados magnéticos de la fase dura. La frecuencia de la corriente excitadora se ha fijado en 50 MHz y su amplitud en 5 dBm. En primer lugar y concentrándonos en las curvas con la fase dura desimanada podemos observar que todas tienen un comportamiento de doble pico y simétrico a excepción de la curva con 12 μm espesor que presenta un solo pico y un comportamiento ligeramente asimétrico (debido a t_{CoNi} grandes la imanación de la fase dura no se mantiene completamente nula durante el proceso de medida a campo bajo¹). Además, el aumento de t_{CoNi} produce un ligero descenso de la amplitud con el aumento de t_{CoNi} . Ambos efectos lo atribuimos al acoplamiento magnetoelástico introducido por la fase dura. Como ya vimos en el capítulo 4, las tensiones internas generadas durante el proceso de electrodeposición inducían una anisotropía axial efectiva, produciendo una progresiva reducción del campo de anisotropía circular con t_{CoNi} . Sin embargo, en el análisis de la medida de la MI, podemos observar como el campo de anisotropía circular H_k se mantiene prácticamente constante con t_{CoNi} entorno a 220 A/m, y solamente se reduce drásticamente a 0 A/m a partir de un espesor de 12 μm . Así, en las medidas de MI el efecto magnetoelástico solo se hace apreciable a grandes espesores. Cabe subrayar como ya se comentó en el capítulo 1, que el origen de la MI se encuentra en el efecto pelicular. Con lo cual, a frecuencias a partir de unas pocas MHz, el efecto pelicular empieza a ser apreciable y la impedancia no estará determinada por toda su sección transversal sino únicamente por la parte por donde circula la corriente, es decir la parte superficial del microhilo. Acorde con nuestro modelo de tensiones propuesto en la sección 4.2.1.1, el efecto magnetoelástico en la MI solamente sería visible a espesores grandes donde el crecimiento del volumen de la parte interna con imanación axial se aproxima a la superficie. Por otro lado, el efecto magnetoelástico, también se puede observar en el incremento de Z_0 (impedancia a campo nulo) con t_{CoNi} , lo cual es atribuible al incremento de la susceptibilidad (permeabilidad circular) que conlleva la reducción de la longitud de penetración según la ecuación (1.27).

En segundo lugar y fijándonos para cada microhilo en las curvas preimanadas, podemos observar que a espesores pequeños el campo bias es casi nulo y la MI presenta un comportamiento simétrico. A medida que vamos aumentando el t_{CoNi} , el valor del campo bias aumentan al igual que la asimetría de las curvas de MI. La dependencia del campo bias con t_{CoNi} se presenta en la figura 5.3: el campo bias crece progresivamente con el espesor de la fase dura, alcanzando su máximo valor de 225 A/m para 12 μm . Si comparamos estos valores de H_b con los obtenidos de los ciclos de histéresis en la sección 4.3.2, encontramos una muy aceptable concordancia, a excepción del microhilo con espesor de fase dura de 12 μm . Las pequeñas discrepancias en el campo bias entre las medidas en estático y dinámico es achacable al efecto pelicular, por lo que el campo bias no presenta la misma intensidad en el centro del núcleo que en la superficie

¹ Esta pérdida de simetría para la muestra de mayor espesor ya había sido también observado en los M-H, figura 4.21.

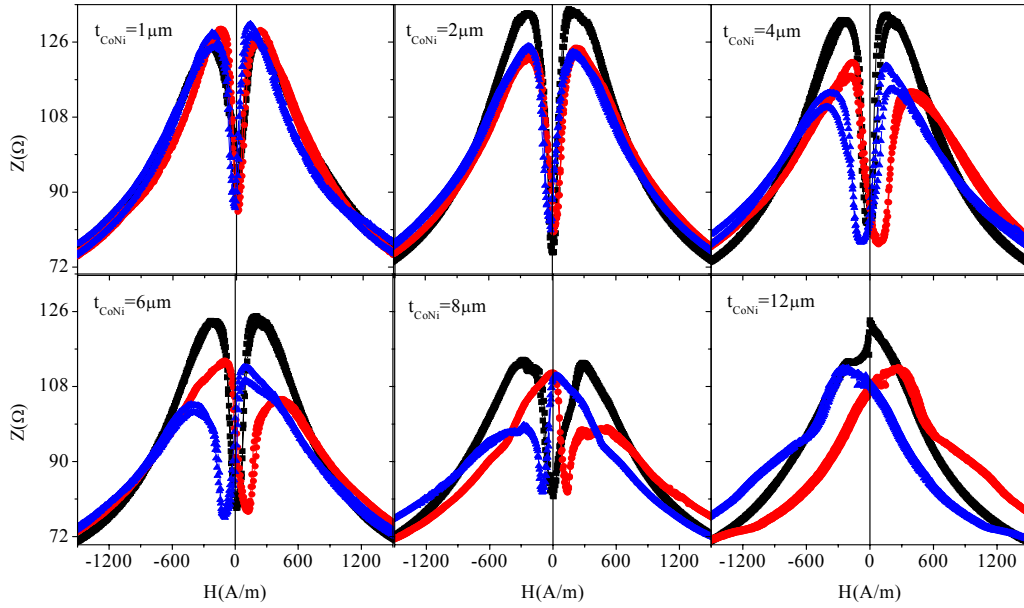


Fig. 5.2.- MI de microhilos multicapas CoFe/CoNi con diferente t_{CoNi} y estado magnético de la fase dura (■ desimanado, ● +80 kA/m y ▲ - 80 kA/m) para una amplitud y frecuencia de onda excitadora constante, 5 dBm y 50 MHz.

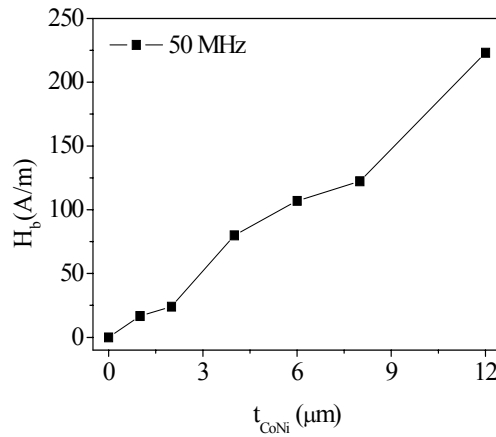


Fig. 5.3.- Evolución del campo bias en función del espesor de la fase dura, calculado a partir de las curvas de MI a 50 MHz.

b) Influencia de la frecuencia

La MI depende del efecto pelicular y por lo tanto la longitud de penetración δ acorde con la ecuación 5.1 y 5.2:

$$Z = R_{dc} \frac{kR}{2} \frac{J_0(kR)}{J_1(kR)} \quad (5.1)$$

$$k = \frac{(1-i)}{\delta} = (1-i) \sqrt{\frac{\pi \mu_\phi f}{\rho}} \quad (5.2)$$

donde J_0 y J_1 son las funciones de Bessel de orden 0 y 1, respectivamente, R es el radio del núcleo ferromagnético, R_{dc} la resistencia estática, ρ la resistividad y μ_ϕ la permeabilidad circular, la cual depende a su vez de la frecuencia y del campo aplicado.

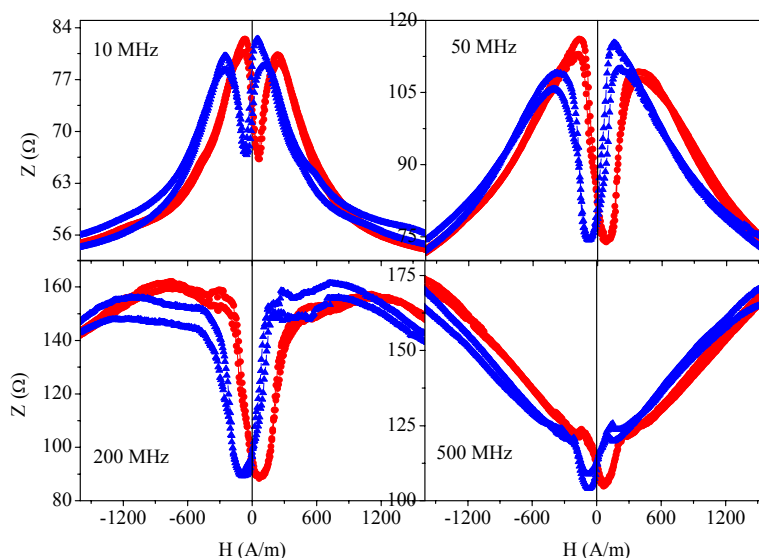


Fig. 5.4.- MI de un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 4 \mu\text{m}$, para diferentes valores de frecuencia y con la fase dura preimanada a $+80 \text{ kA/m}$ (●) y -80 kA/m (▲).

En la figura 5.4. se muestra el análisis de la MI para un microhilo multicapa con $t_{\text{CoNi}} = 4 \mu\text{m}$, fase dura preimanada a $\pm 80 \text{ kA/m}$ y diferentes valores de frecuencia de corriente excitadora en el rango entre 10 y 500 MHz. La amplitud de la corriente excitadora ha sido fijada nuevamente en 5 dBm. En primer lugar podemos observar que el campo bias apenas experimenta un notable cambio a medida que vamos aumentando la frecuencia. Por otro lado podemos observar un aumento de los valores de la impedancia con el incremento de la frecuencia, como consecuencia de grandes variaciones de la longitud de penetración [BRI2000A]. También se observa como los máximos de impedancia se desplazan a campos mayores según la frecuencia aumenta, debido a la aparición de los efectos dinámicos, FMR.

Para entender mejor la evolución de los picos con la frecuencia hemos descompuesto la impedancia en sus respectivas parte real y parte imaginaria, figura 5.5:

10 MHz: Tanto la parte real como la imaginaria presenta máximos alrededor del campo de anisotropía circular 200 A/m. Se observa que es la parte real la que domina la MI, pero su variación con el campo no es muy grande, ya que a esa frecuencia el efecto pelicular solo es apreciable para altas permeabilidades. La parte imaginaria presenta valores bajos debido a que la frecuencia aun es pequeña.

50 MHz: Al aumentar la frecuencia se amplía ligeramente el rango de campos magnéticos en los que la permeabilidad es suficientemente alta para que exista el efecto pelicular. Mientras que los máximos de la parte real se mantienen situados entorno a H_k , los de la parte imaginaria se han desplazado a campo mayores, lo cual indica la aparición de efectos dinámicos en X . Sin embargo los efectos dinámicos no son patentes en la MI ya que la parte real sigue teniendo valores superiores a los de la parte imaginaria.

200 MHz: los picos de la parte real se han desplazado a campos mayores respecto del H_k debido a la transición del regimen cuasiestático al dinámico, FMR. Esto produce un suavizado de las curvas y también del modulo de la impedancia que sigue determinado en gran medida por la resistencia.

500 MHz: la FMR prácticamente ha absorbido los picos en H_k que siguen estando presentes (al menos en la parte real), y ha desplazado los picos en la parte real e imaginaria de la impedancia a campos superiores a 3600 A/m.

Además se puede observar para todas las frecuencias, que el comportamiento asimétrico de la MI por la presencia del campo bias, está solo presente en su parte real, que por otro lado es la que gobierna principalmente el modulo de la impedancia.

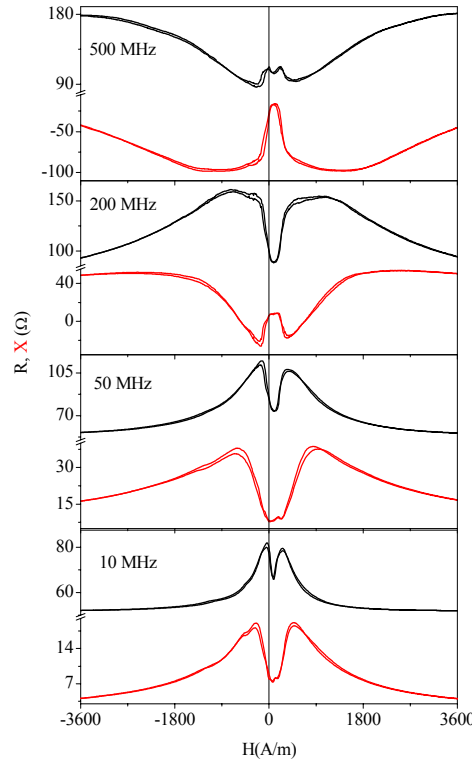


Fig. 5.5.- Parte real e imaginaria de la MI para el microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 4 \mu\text{m}$ y diferentes valores de frecuencia. La fase dura se encuentra preimánada a +80 kA/m.

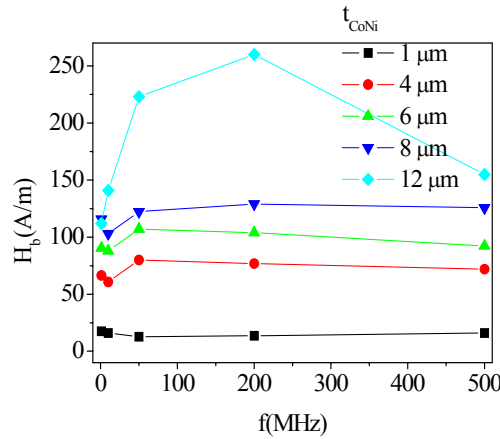


Fig. 5.6.- Evolución del campo bias con la frecuencia para diferentes valores de t_{CoNi} .

Finalmente, en la figura 5.6 se muestra la evolución del H_b con la frecuencia en todo el rango de espesores de la fase dura, entre 1 y 12 μm . El campo bias se mantiene prácticamente constante con la frecuencia en todo el rango de espesores. La única excepción sería la muestra con 12 μm , cuyo H_b experimenta un fuerte aumento a bajas frecuencias y vuelve a disminuir cuando se aproxima a 500 MHz. Este comportamiento

en el microhilo de máximo valor de t_{CoNi} se puede achacar a la presencia de un H_b muy inhomogéneo. Así, la variación de la frecuencia va modificando la longitud de penetración de la corriente excitadora, sintiendo un valor de campo bias diferente.

5.1.2 Microhilo multicapa Fe/CoNi

La figura 5.7 representa el análisis de la MI para un microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{CoNi}=6\text{ }\mu\text{m}$ y diferentes configuraciones magnéticas de capa externa (desimanada y preimanada a $\pm 80\text{ kA/m}$), seleccionando una frecuencia y amplitud constante de 10 MHz y 0 dBm . Para esta familia usamos una amplitud de señal excitadora menor por el hecho de presentar menor diámetro de núcleo y evitar un posible tratamiento térmico. Lo primero que llama la atención, es el comportamiento de doble pico que presenta el núcleo de FeSiB. Es bien conocido que los microhilos biestables de FeSiB (sin capa magnética externa) presentan un solo pico de MI situado a campo cero debido a que la muestra se encuentra prácticamente saturada axialmente en ausencia de campo externo y su variación de MI es muy pequeña en comparación con la otra familia de microhilos CoFeSiB [KRA1999]. En la sección 4.2.1.2, habíamos demostrado que la presencia de la capa externa inducía en el núcleo de FeSiB una fuerte anisotropía circular que se traducía en la perdida de la biestabilidad. Por lo tanto, dicho cambio de anisotropía axial a circular, por la presencia de la capa externa, justificaría la forma de doble pico de la MI y estaría en coherencia con las medidas estáticas y el esquema propuesto en la figura 4.28.

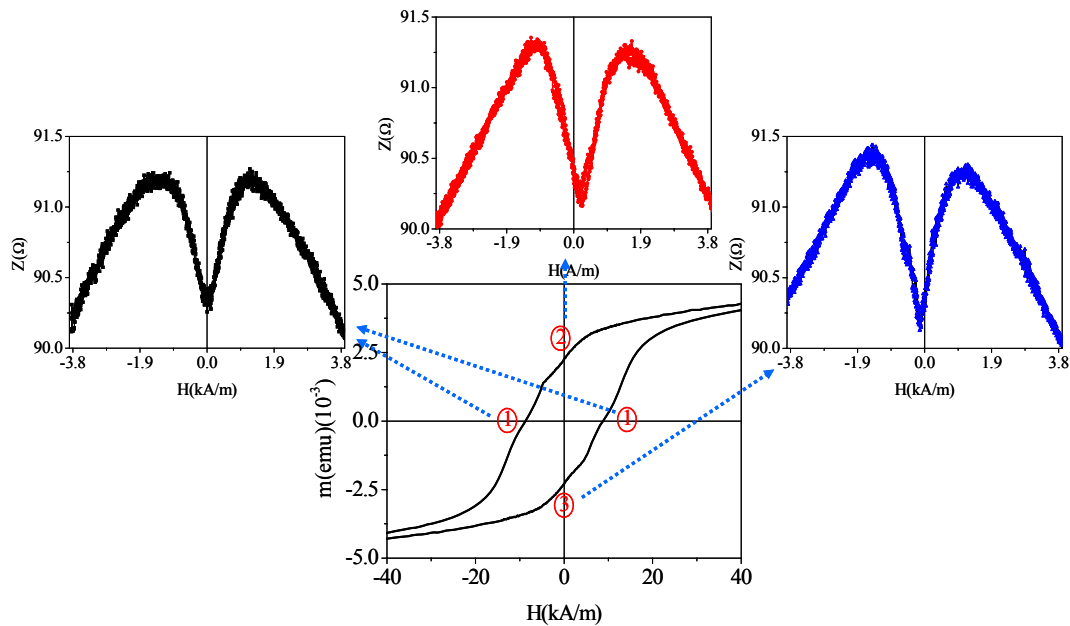


Fig. 5.7.-MI de un microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{CoNi}=6\text{ }\mu\text{m}$, con diferentes estados magnéticos de la capa externa como indica el ciclo de histéresis a alto campo (■ desimanado, ● preimanado positivamente $+80\text{ kA/m}$ y ▲ negativamente a -80 kA/m). La amplitud y frecuencia de la onda excitadora son 0 dBm y 10 MHz .

Por otro lado, en las curvas preimanadas el comportamiento asimétrico es casi inapreciable, salvo en el microhilo preimanado negativamente, el cual presenta un pico levemente más alto que el otro pero cuantitativamente la diferencia es apenas de $0.1\text{ }\Omega$.

Por último reseñar que al campo máximo aplicado, 4 kA/m , la MI no se encuentra saturada. Para llegar a la saturación tendríamos que aplicar mayor campo magnético, sin embargo la imanación de la capa externa de CoNi ya no se mantendría constante.

a) Influencia del espesor de CoNi

En la figura 5.8 se observa la evolución de la MI para microhilos multicapas Fe/CoNi con diferente espesor de CoNi y preimanados a $\pm 80 \text{ kA/m}$. La frecuencia y amplitud de la señal excitadora ha sido fijada en 0 dBm y 10 MHz . La respuesta de MI no solo se ve afectada por la intensidad del campo bias, sino en mayor grado por el acoplamiento magnetoelástico. Así, hasta espesores de $3 \mu\text{m}$, la MI presenta un solo pico a campo cero, indicando que el eje fácil de imanación en dicho rango de espesores es axial. Para mayores espesores, la MI presenta comportamiento de doble pico, lo cual verifica la presencia de una fuerte anisotropía circular, que va desplazando los picos a campos mayores. Este comportamiento ya había sido observado en los ciclos de histéresis, donde para espesores mayores de $4 \mu\text{m}$, el núcleo de FeSiB perdía la biestabilidad y presentaba un ciclo de histéresis anhistéretico con muy baja susceptibilidad. Además del efecto magnetoelástico podemos presenciar un desplazamiento de las curvas de MI, proporcional con el t_{CoNi} , y una ligera asimetría, solo notable a altos espesores, originada por la inhomogeneidad del campo bias de la fase dura.

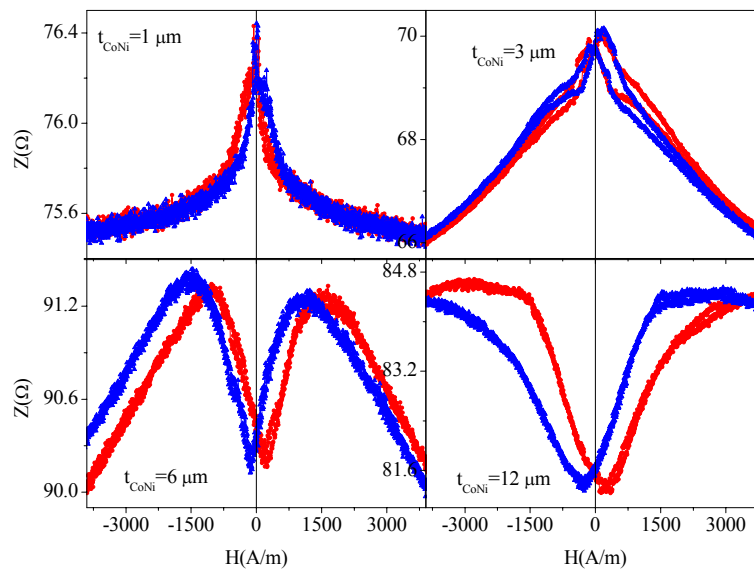


Fig. 5.8.- MI de microhilos multicapas Fe/CoNi con diferente t_{CoNi} y estado magnético de la fase dura (● $+80 \text{ kA/m}$ y ▲ -80 kA/m) para una amplitud y frecuencia de onda excitadora constante, 0 dBm y 10 MHz .

En la figura 5.9 se observa el progresivo aumento de H_b con el t_{CoNi} , a excepción de pequeños espesores, alcanzando el máximo valor, 240 A/m , para $12 \mu\text{m}$. Estas medidas presentan bastante discrepancia con el respectivo estudio de los ciclos de histéresis (figura 4.83). Si bien a pequeños espesores hay una cierta correspondencia entre ambos análisis, a partir de $3 \mu\text{m}$ las medidas estáticas presentan una drástica disminución del campo bias estabilizándose hasta $4.5 \mu\text{m}$ y después disminuyendo lentamente; sin embargo las medidas de MI presentan un aumento progresivo. Nuevamente, la diferencia entre el estudio de M-H y de la MI es atribuible el efecto

pelicular y por consiguiente a la inhomogeneidad del campo bias, más fuerte cerca de las cargas descompensadas de la fase dura.

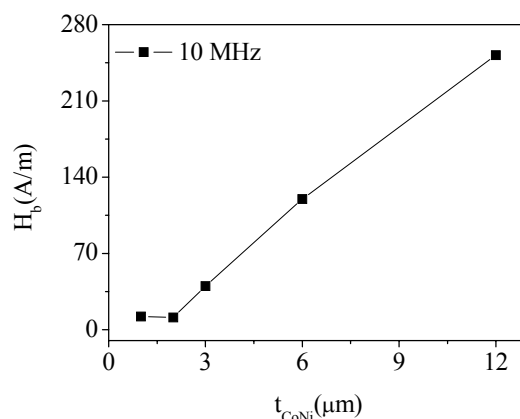


Fig. 5.9.- Evolución del campo bias en función del espesor de la fase dura, calculado a partir de las curvas de MI a 10 MHz.

b) Influencia de la frecuencia.

La figura 5.10 muestra la influencia de la frecuencia, en un rango entre 1 y 500 MHz, en la MI para un microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{CoNi} = 3 \mu m$ y preimantado a $\pm 80 kA/m$. Por un lado observamos la dependencia del campo bias con la frecuencia: es prácticamente nulo a frecuencias pequeñas, entre 1 y 10 MHz, aumenta con la frecuencia en el rango intermedio, entre 10 y 200 MHz, y disminuye levemente a frecuencia máxima. En segundo lugar y como era de esperar, los picos de MI se desplazan a campos mayores con el incremento de la frecuencia, como consecuencia de la aparición de los efectos dinámicos, FMR.

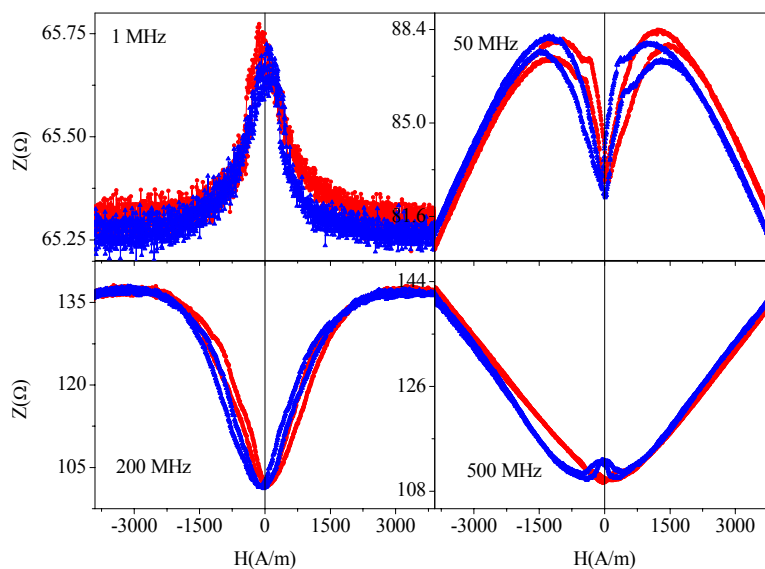


Fig. 5.10.- MI de un microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{CoNi} = 3 \mu m$, para diferentes valores de frecuencia y con la fase dura preimantada a +80 kA/m (●) y -80 kA/m (▲).

Para un análisis más detallado hemos vuelto a descomponer la impedancia en sus respectivas parte real e imaginaria, figura 5.11.

1 MHz: En el rango de pequeñas frecuencias, tanto la resistencia como la reactancia presentan su máximo valor a campo cero y solo experimentan un cambio apreciable, de

unas pequeñas decenas de Ω , a altas permeabilidades. Esto nos indica que el efecto pelicular en dicho rango de frecuencias es muy pequeño.

50 MHz: al aumentar la frecuencia, la longitud de penetración de la corriente excitadora disminuye, concentrándose en la parte externa del núcleo donde se encuentran los dominios circulares generados por las tensiones internas inducidas durante la electrodeposición de la fase dura. Por lo tanto, tanto la parte real como la imaginaria presentan comportamiento de doble pico, con una variación de MI apreciable. Si bien la resistencia presenta sus picos entorno al campo de anisotropía, 1000 A/m, la parte imaginaria tiene sus máximos desplazados a campos mayores, debido a la aparición de efectos dinámicos. Sin embargo, dichos efectos dinámicos no se aprecian considerablemente en la MI ya que la resistencia es un orden de magnitud mayor que la reactancia.

200-500MHz: Los efectos dinámicos están presentes tanto en la parte imaginaria como en la real y han desplazado los picos a campos mayores de 4 kA/m. La MI empieza a estar gobernada por el fenómeno de Resonancia ferromagnética, FMR, y se da la transición del régimen cuasiestático al dinámico.

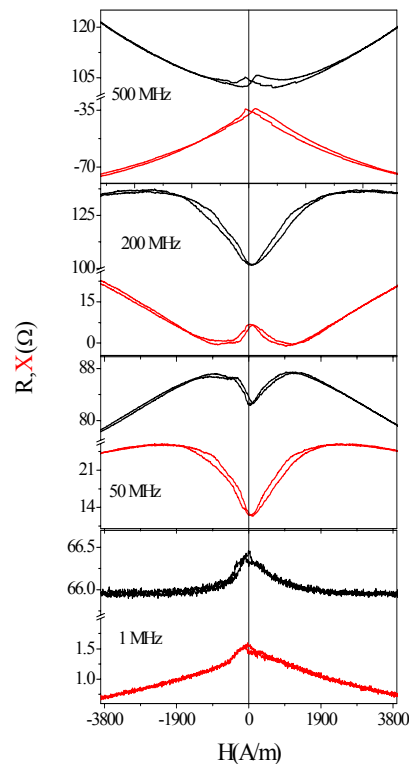


Fig. 5.11.- Parte real e imaginaria de la MI para el microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 3 \mu\text{m}$ y diferentes valores de frecuencia. La fase dura se encuentra preimantada a +80 kA/m.

Finalmente, en la figura 5.12 se muestra la evolución del H_b con la frecuencia en todo el rango de espesores de la fase dura analizada en esta sección, entre 1 y 12 μm . Aunque no hay una dependencia clara, podemos concluir que para cada t_{CoNi} , el H_b no presenta una gran variación con la frecuencia, manteniéndose relativamente uniforme, a excepción de la muestra de 3 μm a bajas frecuencias. Hay que mencionar que la baja sensibilidad que presenta la MI a bajas frecuencias, dificulta el cálculo del campo bias con buena precisión.

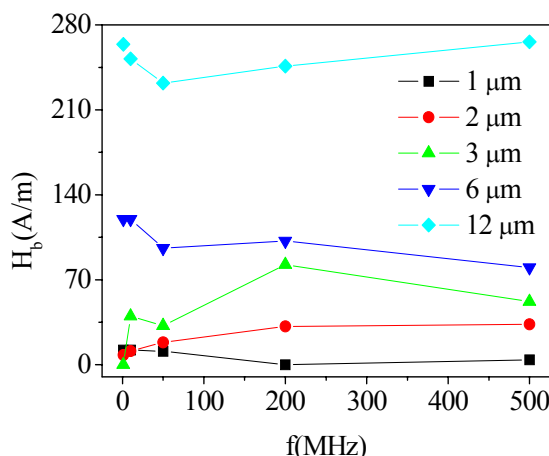


Fig. 5.12.- Evolución del campo bias en función de la frecuencia para diferentes t_{CoNi} seleccionados.

5.2 Resonancia Ferromagnética (FMR)

En la segunda parte del capítulo analizaremos el estudio de la resonancia ferromagnética, FMR, en las dos familias de microhilos multicapas con núcleo blando y capa externa dura: CoFe/CoNi y Fe/CoNi. En particular, vamos a excitar el núcleo ferromagnético con una onda electromagnética, cuya frecuencia se encuentra en el rango de las microondas, y estudiaremos el espectro de impedancias para diferentes valores de campos DC axiales (empezando a valor máximo, 50 kA/m) bajo la presencia de la capa externa de CoNi. Luego, el estudio de la FMR se llevará a cabo en todo momento con las dos fases magnéticas imanadas (o prácticamente imanadas). Para cada familia de microhilos, presentamos en primer lugar el estudio de la FMR sin capa magnética externa (GCM) para compararlo más tarde con la FMR del MM y observar la influencia de la presencia de la fase dura. Nuevamente como en el apartado anterior, las longitudes de la fase blanda y dura de los microhilos multicapas han sido fijadas en 5 y 6 mm, respectivamente.

Durante la última década, el comportamiento de la FMR en microhilos amorfos han sido ampliamente analizados por diferentes grupos de investigación [GAR1999A,BRI2000B]. En los microhilos ricos en Co con magnetostricción negativa, la FMR se encuentra en el rango de frecuencias entre 1 y 6 GHz, mientras que en microhilos biestables ricos en Fe con magnetostricción positiva, la resonancia se observa a rango mayores, entre 6 y 12 GHz. Además, hay que puntualizar que los microhilos de Co necesitan ser saturados, con la ayuda de un campo DC axial, para poder visualizarse el fenómeno de la FMR (a campo cero, el campo circular RF no puede excitar los dominios circulares de la parte externa del núcleo). Sin embargo, los microhilos de Fe presentan la resonancia en ausencia de campo externo estático, lo cual se debe a que a campo nulo, el núcleo se encuentra saturado, a este fenómeno se le denomina Resonancia Ferromagnética Natural, NFMR.

El estudio de la FMR en microhilos bifásicos es un estudio totalmente novedoso, analizado por primera vez por nuestro grupo. Como veremos a continuación, la presencia de la fase dura introduce un segundo pico de resonancia en el rango de bajas frecuencias entre 0.5 y 2 GHz.

5.2.1 Microhilo multicapa CoFe/CoNi [TORR2009C]

a) Sin capa magnética externa

La figura 5.13 muestra el espectro de impedancia (parte real e imaginaria) de un GCM de CoFe para campo DC constante de 24 kA/m. Para el campo magnético seleccionado de 24 kA/m, la frecuencia de resonancia, f_r , se encuentra en 4 GHz. La evolución de la FMR con el campo estático axial se observa en las figuras 5.14: (a) parte real e (b) imaginaria. Se ve con total nitidez como los picos de resonancia (o puntos de inflexión en el caso de la reactancia) se desplazan a frecuencias mayores con el incremento del campo magnético.

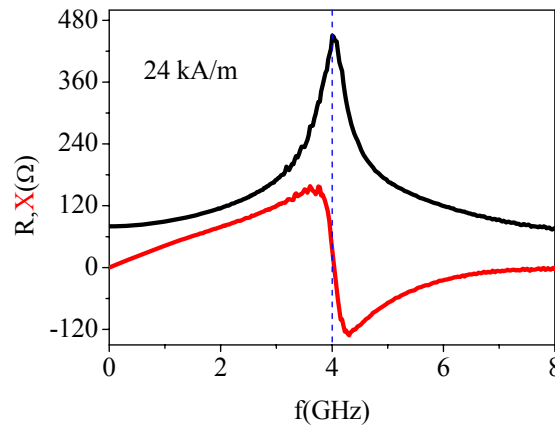


Fig. 5.13.- Espectro de FMR (Resistencia y reactancia) para un GCM CoFe a campo magnético DC constante, 24 kA/m.

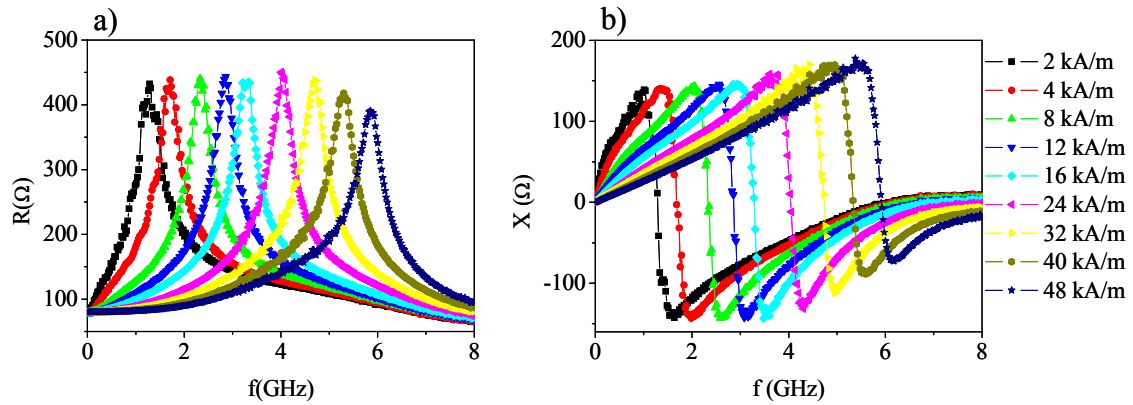


Fig. 5.14.- Evolución del espectro de FMR en función del campo magnético externo para un GCM rico en CoFe: (a) Resistencia y (b) reactancia.

La relación de la frecuencia de resonancia con el campo aplicado sigue la dependencia clásica de la FMR [KIT1948] y fue introducida previamente en la ecuación (1.33). En el caso límite $M_s \gg H$ y H_k , la dicha dependencia puede ser aproximada a la ecuación (5.3):

$$f_r^2 = \frac{\gamma^2 \mu_0^2 M_s}{4\pi^2} (H \pm H_K) \quad (5.3)$$

Donde el signo positivo se usa para microhilos con anisotropía axial y negativo para anisotropía transversal [KRA2003A]. Del ajuste lineal a los datos experimentales de la

f_r , figura 5.15, se obtiene una saturación de 0.72 T y un campo de anisotropía de 300 A/m . Dichos datos experimentales están en aceptable acuerdo con los datos presentados en los ciclos de histéresis, teniendo en cuenta que el error del campo de anisotropía obtenido del ajuste es bastante elevado, $\pm 300 \text{ A/m}$.

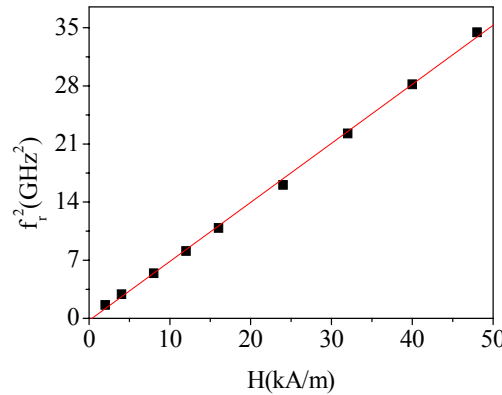


Fig. 5.15.- dependencia de la frecuencia de resonancia con el campo magnético externo.

b) Con capa magnética externa

Más interesante es el caso del microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 1 \mu\text{m}$, donde la presencia de la fase dura induce una segunda FMR a frecuencias menores, como se observa en la figura 5.16. Si bien el espectro de FMR del microhilo multicapa sigue conservando la misma resonancia en 4 GHz , aunque con menor amplitud de la que habíamos encontrado en el GCM (figura 5.13), presenta además una segunda resonancia alrededor de 1.9 GHz . Para mayor claridad, vamos a denotar la resonancia a altas y bajas frecuencias como FMR1 y FMR2, respectivamente.

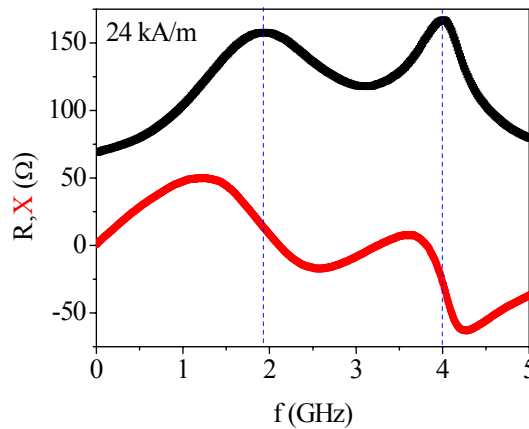


Fig. 5.16.- Espectro de FMR (Resistencia y reactancia) para un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 1 \mu\text{m}$ a campo magnético DC constante, 24 kA/m .

El estudio del espectro de impedancias en función del campo magnético (H), figuras 5.17 y 5.18, junto con el ajuste lineal de la frecuencia de resonancia, 5.19, nos va a permitir obtener más información acerca del origen de FMR2. En la figuras 5.17 se muestra el desplazamiento de FMR1 y FMR2 a frecuencias mayores con el aumento de H . A pequeños campos aplicados, el espectro solo presenta una resonancia, ya que FMR1 y FMR2 solapan y prácticamente tienen la misma f_r . Para campos más grandes la intensidad de FMR2 disminuye considerablemente. De la misma forma se ha analizado el espectro de impedancias para microhilos multicapas con diferente espesor de fase dura, en el rango entre 1 y $12 \mu\text{m}$, obteniéndose resultados muy similares a la figura

5.17. Como ejemplo, se muestra las figuras 5.18 que corresponde al espectro de impedancias (parte real e imaginaria) de un microhilo con $t_{\text{CoNi}} = 12 \mu\text{m}$, el cual presenta un espectro de impedancia realmente parecido, tanto en intensidad como posición de las frecuencias de resonancia de FMR1 y FMR2 al microhilo con $t_{\text{CoNi}} = 1 \mu\text{m}$.

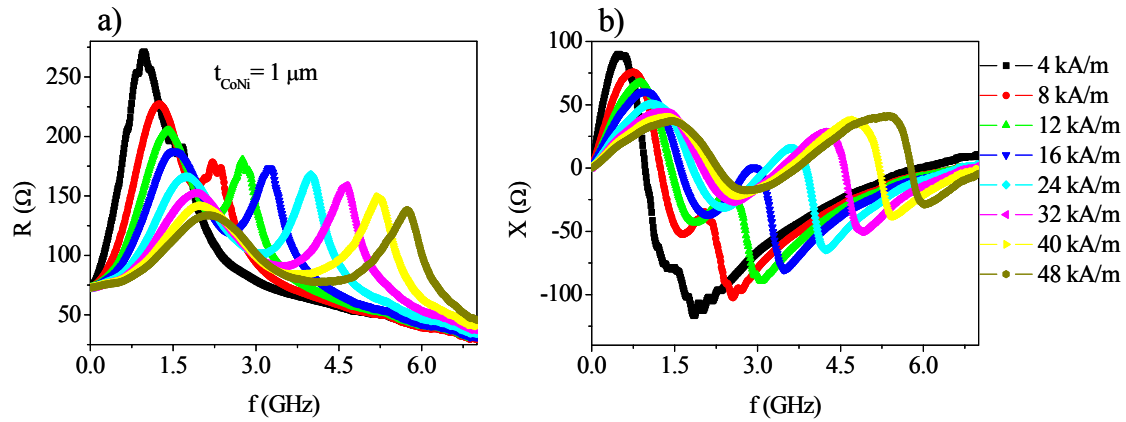


Fig. 5.17.- Evolución del espectro de FMR en función del campo magnético externo para un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 1 \mu\text{m}$: (a) Resistencia y (b) reactancia.

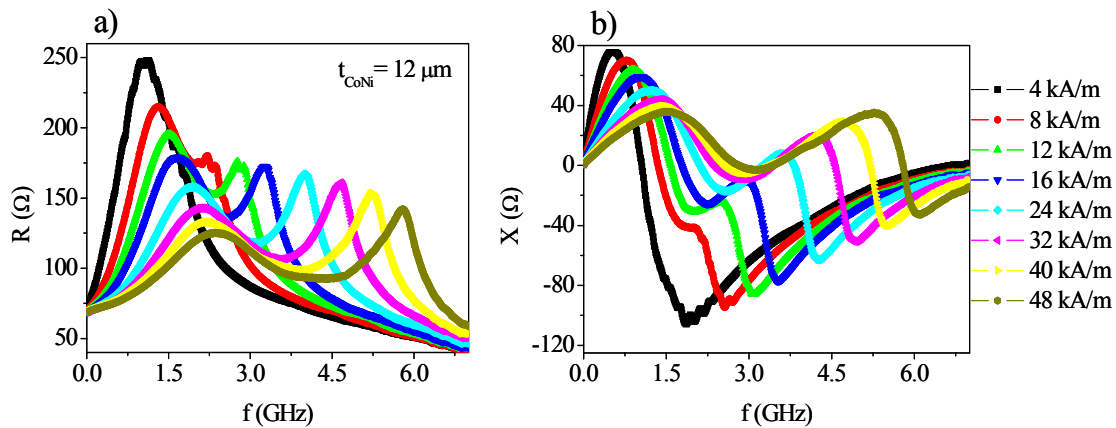


Fig. 5.18.- Evolución del espectro de FMR en función del campo magnético externo para un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 12 \mu\text{m}$: (a) Resistencia y (b) reactancia.

En la figura 5.19 se presentan los ajustes lineales a las frecuencias de resonancia de FMR1 y FMR2 calculadas de las dos figuras anteriores. El ajuste lineal de la FMR1 para ambos microhilos multicapas, 1 y $12 \mu\text{m}$, nos da una saturación muy próxima a $0.7 T$, lo cual nos confirma, como era de esperar, que FMR1 es la resonancia relatada al núcleo de CoFe. Sin embargo, el ajuste de la FMR2 da un valor anómalamente bajo de saturación, $0.09 T$. Este valor esta muy alejado de la saturación del núcleo, $0.7 T$, y más aun de la de la capa externa dura, $1.5 T$. Además, si observamos un zoom de los respectivos ajustes lineales de FMR2 en las figuras internas, se puede apreciar como los datos experimentales no se ajustan bien del todo al comportamiento lineal.

Los resultados experimentales no parecen esclarecer mucho el origen de FMR2. La hipótesis más lógica es que la resonancia a bajas frecuencias corresponda a la fase dura. Según lo cual las dos capas magnéticas actuarían como un capacitor y las ondas electromagnéticas atravesarían la capa externa de CoNi, excitando sus dominios axiales. Sin embargo, teniendo en cuenta que sus valores de f_r^2 no se ajustan a una dependencia lineal con H , así como que el valor obtenido de la saturación no es coherente, podemos

concluir que el comportamiento de FMR2 no sigue la relación clásica de Kittel, ecuación (5.3).

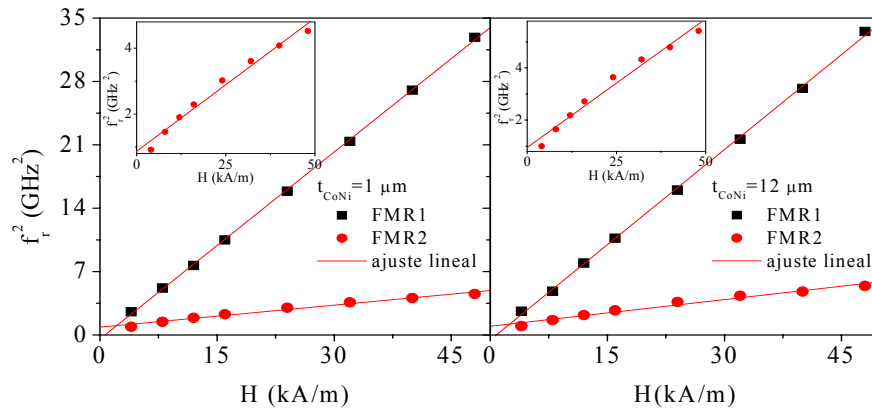


Fig. 5.19.- dependencia de las frecuencias de resonancia, FMR1 y FMR2, con el campo magnético externo para dos microhilos multicapas CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 1$ y $12 \mu\text{m}$.

Para verificar que la FMR2 pertenece a la capa externa hemos realizado el mismo estudio en microhilos multicapas Cu/CoNi con similares dimensiones, figura 5.20². Podemos observar la presencia de una absorción electromagnética (FMR) en el rango entre 1 y 2 GHz, la cual se desplaza a frecuencias mayores con el incremento de campo, perdiendo intensidad al igual que ocurre con FMR2 en las figuras 5.17 y 5.18. Esta FMR debe corresponder al CoNi, ya que en este caso el núcleo no es magnético.

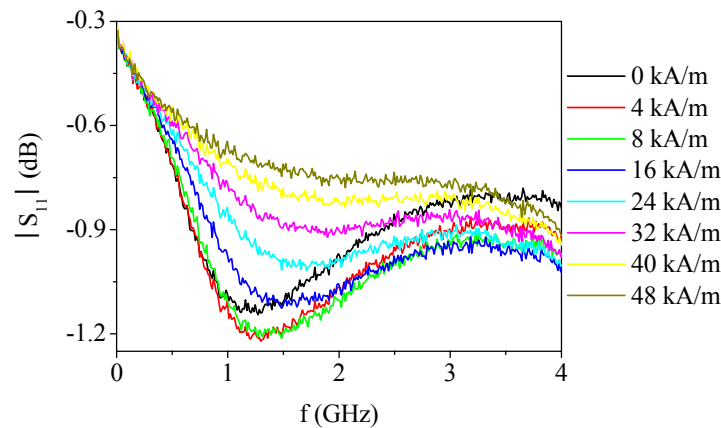


Fig. 5.20.- Espectro del parámetro de reflexión S_{11} en un MM Cu/CoNi ($t_{\text{CoNi}} = 3 \mu\text{m}$) para diferentes valores de campo estático.

Otro análisis experimental que respalda la hipótesis de que FMR2 proviene de la imanación de la fase dura, es la medida de FMR en el MM CoFe/CoNi ($t_{\text{CoNi}} = 1 \mu\text{m}$) a campo nulo, para la fase dura desimanada y en remanencia. Así según la figura 5.21, el espectro correspondiente al microhilo con la fase dura en estado remanente presenta un pico de resonancia situado entorno a 0.5 GHz. Por el hecho de realizar la medida a campo nulo, dicho pico de resonancia únicamente puede pertenecer a la capa externa de CoNi. Además dicho pico sufre una considerable reducción cuando la fase dura pasa del estado de remanencia al estado prácticamente desimanado.

² La observación del pico FMR en MM Cu/CoNi es más nítida en formato S_{11} .

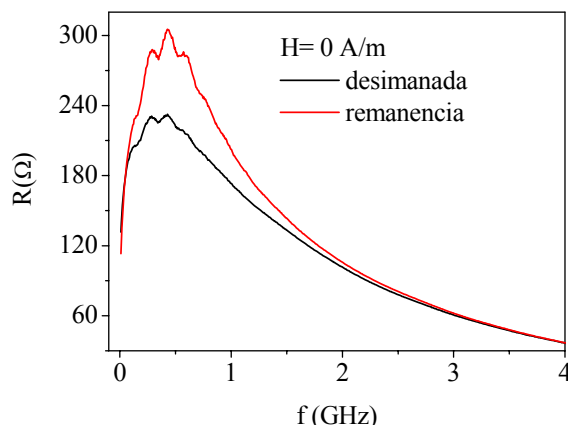


Fig. 5.21.- Espectro de FMR (Resistencia) de un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 1 \mu\text{m}$ para la fase dura desimanada y en remanencia, a campo nulo.

Finalmente, en la tabla 5.1 se muestra los diferentes valores de saturación y anisotropía obtenidos de la resonancia del núcleo, FMR1, para diferentes microhilos multicapas. Los valores de saturación obtenidos se ajustan muy bien al valor esperado, calculado de los ciclos de histéresis M-H. Sin embargo, los valores de anisotropía, aunque se aproximan en órdenes de magnitud están en notable discrepancia con los ciclos de histéresis de la sección 4.3.2. Esto es debido, como ya se comentó anteriormente, a que los valores de anisotropía obtenidos del ajuste lineal tienen un error bastante considerable ($\pm 0.3 \text{ kA/m}$).

| $t_{\text{CoNi}}(\mu\text{m})$ | 0 | 1 | 3 | 6 | 12 |
|--------------------------------|------|------|------|------|------|
| $\mu_0 M_s(\text{T})$ | 0.72 | 0.70 | 0.70 | 0.71 | 0.71 |
| $H_k(\text{kA/m})$ | 0.3 | 0.6 | 0.0 | 0.7 | 0.8 |

Tabla 5.1.- Valores de saturación y anisotropía calculados de los espectros de FMR1 para los microhilos multicapas CoFe/CoNi con diferente t_{CoNi} .

5.2.2 Microhilo multicapa Fe/CoNi [TORR2009C]

a) Sin capa magnética externa

La figura 5.22 representa el espectro de FMR (parte real e imaginaria de la impedancia), a campo constante de 24 kA/m , para un GCM biestable de FeSiB. En comparación con la otra familia de microhilos CoFe (figura 5.13), para un mismo campo magnético aplicado, la resonancia ferromagnética se encuentra a frecuencias mayores, 9.55 GHz .

En las figuras 5.23 podemos observar el desplazamiento de la FMR a frecuencias mayores, en el rango entre 7 y 12 GHz , con el aumento del campo magnético externo. Como ya se comentó en la introducción de esta sección, esta muestra presenta la resonancia ferromagnética natural, NFMR, resonancia en ausencia de campo aplicado. De la figura 5.23a, podemos reseñar la presencia de un segundo pico de resonancia, pero que en ningún caso es de tipo ferromagnético, ya que no se desplaza y va perdiendo drásticamente su amplitud con el incremento de H^3 .

³ Su interpretación no está clara, aunque pensamos que su origen se debe a alguna inhomogeneidad de la muestra.

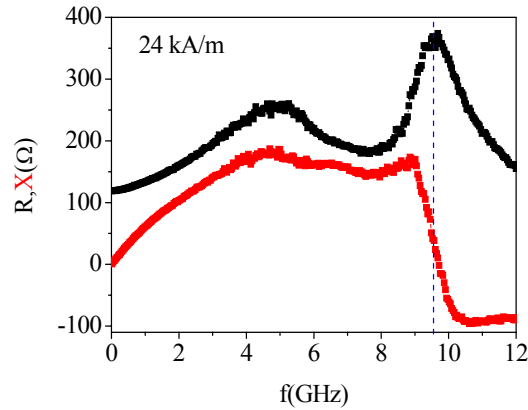


Fig. 5.22.- Espectro de FMR (Resistencia y reactancia) de un GCM FeSiB, a campo magnético DC constante, 24 kA/m.

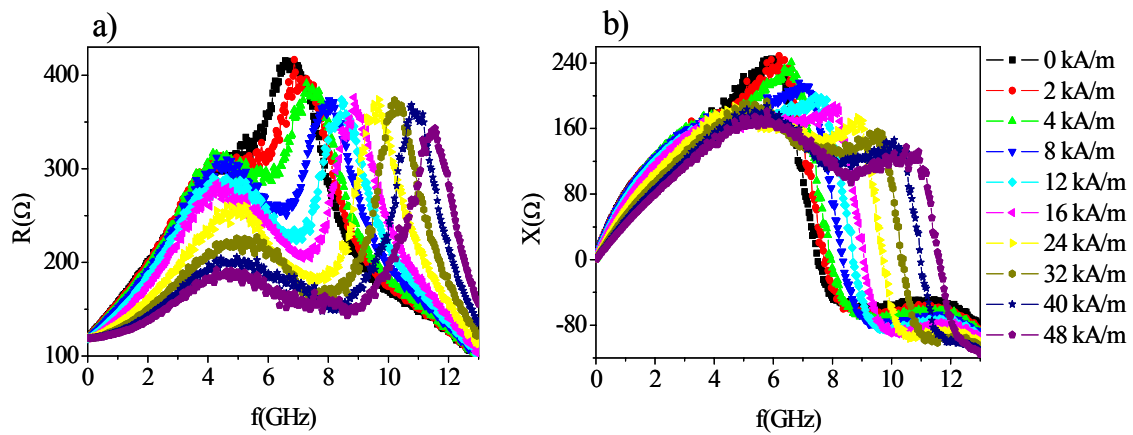


Fig. 5.23.- Evolución del espectro de FMR en función del campo magnético externo para un GCM FeSiB: (a) Resistencia y (b) reactancia.

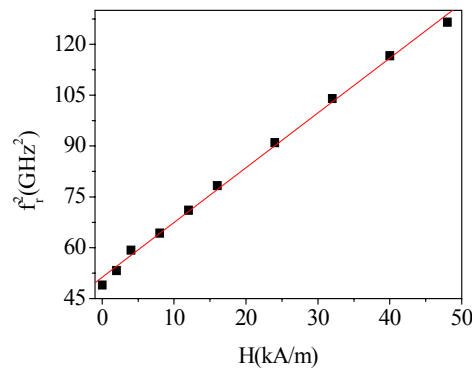


Fig. 5.24.- Dependencia de la frecuencia de resonancia con el campo magnético externo.

El ajuste lineal, figura 5.24, de los datos experimentales de la frecuencia de resonancia usando la ecuación (5.3) (en este caso usamos el signo positivo por tener anisotropía axial) nos da unos valores de saturación y anisotropía de 1.63 T y 31.94 kA/m. La saturación calculada de los ciclos de histéresis es 1.55 T.

b) Con capa magnética externa

Nuevamente, la presencia de la capa externa induce un segundo pico de resonancia a bajas frecuencias, como se observa en la figura 5.25 para un microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 3 \mu\text{m}$. De hecho, es prácticamente el mismo FMR2 que

habíamos observado anteriormente en la figura 5.16, tanto en intensidad como en frecuencia de resonancia, 1.9 GHz . Esto refuerza aún más el hecho de que FMR2 correspondería a la fase dura, ya que no sería coherente que dos núcleos con comportamiento magnético totalmente diferente (en saturación y anisotropía) presentaran la misma resonancia. Por otro lado, la resonancia a alta frecuencia correspondiente al núcleo, FMR1, ha perdido drásticamente la mayor parte de su amplitud, encontrándose prácticamente enmascarado por la FMR2, además de reducir el valor de su f_r hasta 8.63 GHz . Este hecho, se debe principalmente al acoplamiento magnetoelástico introducido por la fase dura, y que afecta de manera más notable a núcleos ferromagnéticos con alta magnetostricción.

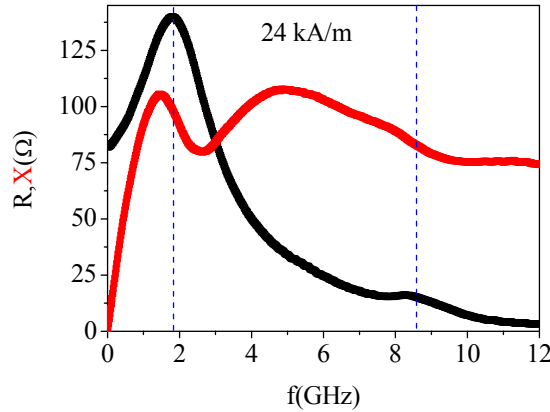


Fig. 5.25.- Espectro de FMR (Resistencia y reactancia) para un microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 3 \mu\text{m}$ a campo magnético DC de 24 kA/m .

La evolución de los dos picos de resonancia, FMR1 y FMR2, para el microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 3 \mu\text{m}$ se presenta en las figuras 5.26. Notar que la FMR1 es más apreciable en la parte imaginaria, figura 5.26b, y a campos magnéticos pequeños. Para el rango de campos analizados, la FMR1 correspondiente a la fase blanda se encuentra entre 6 y 11 GHz , mientras que FMR2 de la fase dura está entre 1 y 2 GHz . El mismo estudio se ha llevado a cabo en microhilos multicapas con diferente t_{CoNi} . Así por ejemplo, las figuras 5.27 muestran el espectro de resonancia para un microhilo con $t_{\text{CoNi}} = 6 \mu\text{m}$, el cual es similar al de la figura 5.25, pero con mayor amplitud de FMR2 en contraste con FMR1 que ha reducido aún más su intensidad, especialmente en la parte imaginaria. Además la f_r de FMR2 aparece a frecuencias ligeramente menores, entre 0.75 y 1.5 GHz .

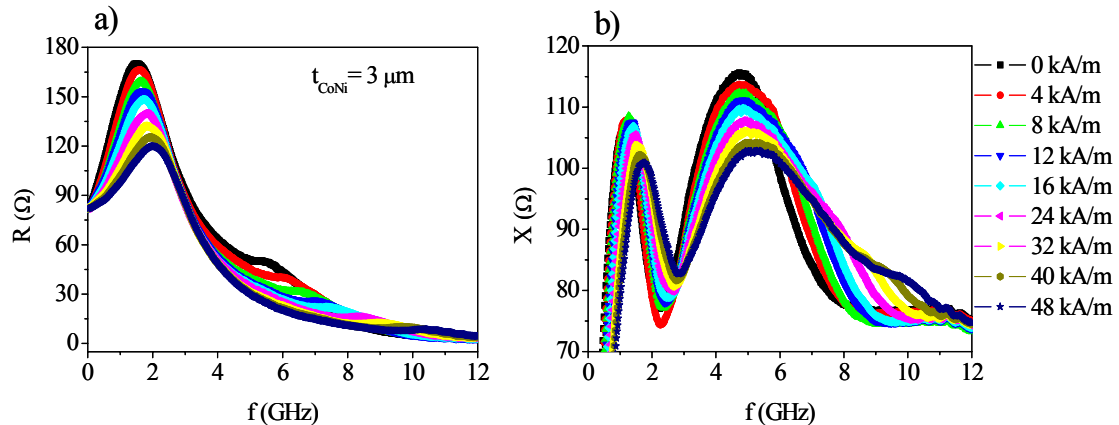


Fig. 5.26.- Evolución del espectro de FMR en función del campo magnético externo para un microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 3 \mu\text{m}$: (a) Resistencia y (b) reactancia.

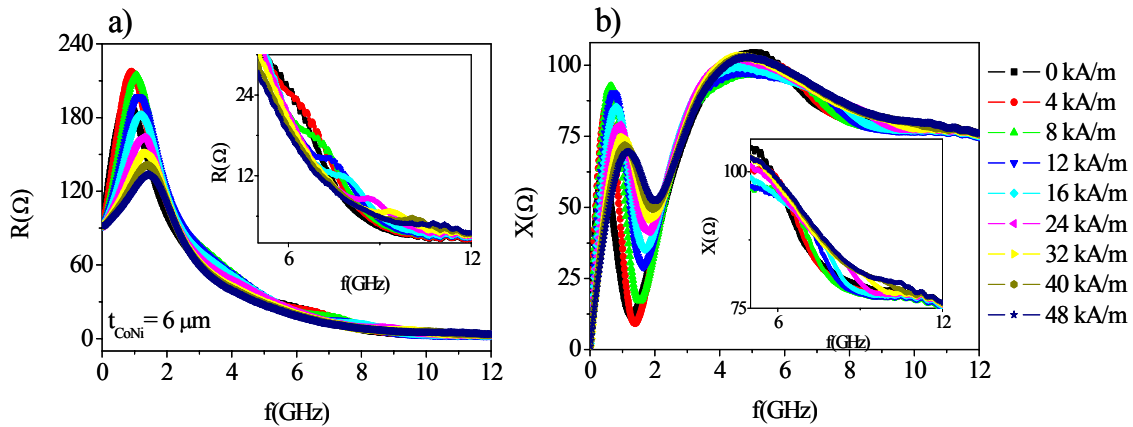


Fig. 5.27.- Evolución del espectro de FMR en función del campo magnético externo para un microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{\text{CoNi}}=6 \mu\text{m}$: (a) Resistencia y (b) reactancia.

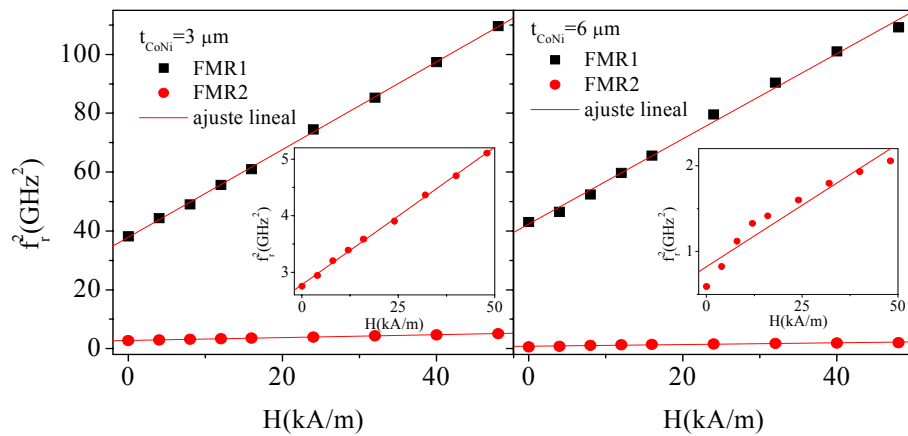


Fig. 5.28.- Dependencia de las frecuencias de resonancia, FMR1 y FMR2, con el campo magnético externo para dos microhilos multicapas Fe/CoNi con $t_{\text{CoNi}}=3$ y $6 \mu\text{m}$.

El ajuste lineal de la frecuencia de resonancia, figura 5.28, calculada experimentalmente de las figuras anteriores, nos da la estimación de la saturación para cada uno de los dos picos resonancia, FMR1 y FMR2. Como era de esperar, para la FMR1 se obtiene un valor muy próximo a la saturación del núcleo, 1.55 T, verificando que corresponde a la excitación del núcleo; mientras que para la FMR2 nuevamente se obtiene un valor anómalamente bajo, 0.04 T, que no se aproxima a la saturación de ningunos de las dos capas magnéticas. Otra vez se pone de manifiesto, que la ecuación (5.3), no es válida para la resonancia a bajas frecuencias de la capa de CoNi. Además, en la muestra con $6 \mu\text{m}$, los datos experimentales de FMR2 se desvían bastante del comportamiento lineal.

De manera excepcional, hay que hacer mención a algunos casos especiales, particularmente en muestras con alto t_{CoNi} , donde se ha encontrado un tercer pico de resonancia, FMR3, situado en una posición intermedia entre FMR1 y FMR2, como se observa en la figura 5.29a correspondiente a la resistencia de un microhilo con $t_{\text{CoNi}}=8 \mu\text{m}$ y un $H=32 \text{ kA/m}$. El ajuste lineal a los datos experimentales de su f_r , figura 5.29b, nos da un valor de saturación de 1.59, confirmando que dicha resonancia corresponde al núcleo de FeSiB. Aunque no se muestra en la figura 5.29, la FMR3 solo se hace apreciable a campos magnéticos grandes, a partir de 30 kA/m .

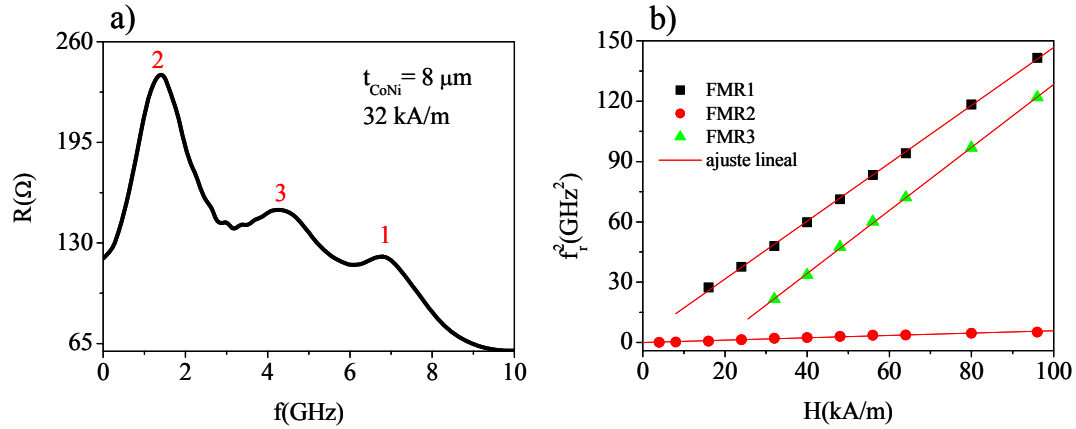


Fig. 5.29.- (a) Espectro de frecuencia de la resistencia para un microhilo multicapa Fe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 8 \mu\text{m}$ y un campo magnético constante de 32 kA/m. (b) Ajuste lineal de la frecuencia de resonancia con el campo magnético para los diferentes picos de resonancia.

Finalmente, en la tabla 5.2 se resume los diferentes valores de saturación y anisotropía calculados de la resonancia del núcleo de FeSiB para los diferentes microhilos multicapas Fe/CoNi analizados. Los valores de saturación presentan muy buen ajuste con el valor obtenido de los ciclos de histéresis, $1.55 T$.

| $t_{\text{CoNi}}(\mu\text{m})$ | 0 | 3 | 6 | 8 (FMR1) | 8 (FMR3) |
|--------------------------------|------|------|------|----------|----------|
| $\mu_0 M_s(T)$ | 1.63 | 1.51 | 1.47 | 1.46 | 1.59 |
| $H_k(\text{kA/m})$ | 31.9 | 25.4 | 29.2 | 3.0 | -18.1 |

Tabla 5.2.- Valores de saturación y anisotropía calculados de los espectros de FMR del núcleo para microhilos multicapas Fe/CoNi con diferente t_{CoNi} .

El signo negativo en el H_k de FMR3, hace referencia a que la región del núcleo que da lugar a esa resonancia tiene una anisotropía transversal. Mientras FMR1 es originada por la zona del núcleo con anisotropía axial.

Capítulo 6

Aplicaciones tecnológicas

Las particulares propiedades magnéticas (gobernadas por los acoplamientos magnetostático y magnetoelástico) exhibidas por los microsistemas bifásicos le confieren un gran potencial en aplicaciones tecnológicas, especialmente en el mundo de los dispositivos sensores. En esta tesis hemos desarrollado un sensor multifuncional usando como elemento sensor los microhilos multicapas con comportamiento bifásico. En particular hemos seleccionado la familia CoFe/CoNi, cuyo núcleo presenta un ciclo anhisterético, baja magnetostricción y un cambio notable de MI a campo pequeños lo cual le hace ideal en este tipo de dispositivos sensores. Por otro lado, la absorción electromagnética de este tipo de materiales en el rango de las microondas les hace ideales en el diseño de sistemas antirradars y nuevos metamateriales (materiales zurdos).

6.1 Sensor multifuncional [VAZ2006A]

El sensor multifuncional está compuesto por el elemento sensor (microhilo bifásico) y los diferentes componentes electrónicos encargados principalmente de excitar el microhilo (fuente de corriente AC) y medir su respuesta en forma de voltaje inducido o impedancia (Lock-in). En el dispositivo desarrollado en nuestro laboratorio, hemos usado un puente de impedancias (LCR meter) que efectúa las dos funciones a la misma vez. Sin embargo, sabemos que esta opción comercialmente no es viable por cuestiones de miniaturización del dispositivo. Hemos usado dos principios de funcionamiento diferente según la condición externa a detectar:

- Método modificado de la rotación de la imanación a ángulos pequeños (MSAMR): sensores de temperatura y de tensión mecánica.

- Magnetoimpedancia asimétrica, AMI: sensores magnéticos y de posición.

Dentro del elemento sensor, debemos diferenciar las siguientes partes:

- El núcleo de CoFe con comportamiento blando, que es la parte sensible a pequeños cambios de las condiciones externas (temperatura, campo magnético, posición, tensiones mecánicas...), es decir, el elemento detector.

- La capa intermedia de vidrio: posibilita que el contacto eléctrico se realice únicamente en el núcleo, evitando que la corriente excitadora se propague a la fase dura, y así analizar únicamente el cambio de las propiedades magnéticas de la fase blanda

- La capa externa de CoNi con comportamiento duro, el cual controla y optimiza la respuesta del núcleo mediante los acoplamientos magnetostático y magnetoelástico. Por lo tanto las dimensiones y el espesor de la fase dura van a desempeñar un papel fundamental en el sensor en términos de mejorar su sensibilidad y su comportamiento con las condiciones cambiantes del medio ambiente. Además, para poder aplicar el método MSAMR requiere que el núcleo se encuentre saturado, lo cual se consigue mediante el acoplamiento

magnético introducido por la fase dura, reduciendo significativamente la electrónica de nuestro sensor.

Aunque en este trabajo solo se analiza el sensor multifuncional como sensor de temperatura, tensión mecánica, campo magnético y posición, el hecho de que el microhilo posea una capa externa posibilitaría su utilización para otro tipo de aplicaciones. Así, incluyendo una capa externa termocrómica, la irradiación IR produciría tensiones en la interfase entre el núcleo metálico y las capas externas, y el dispositivo se podría utilizar como sensor óptico. De igual forma, la inclusión de una capa externa orgánica sensible a las condiciones externas (como presencia de CO, gas, o concentración de ciertos elementos en fase líquido), induciría tensiones en el núcleo metálico, por expansión de dicha capa como consecuencia de la absorción o reacción del elemento seleccionado, y posibilitaría el uso como sensor químico, con aplicaciones en detección de humo, o diversos gases.

Las principales ventajas que podemos destacar de dicho sensor serían: control de la respuesta del sensor a través del acoplamiento magnético creado por la capa externa dura (posibilidad de diseñar el sensor a voluntad, sintonizar), alta sensibilidad, rápida respuesta motivado por la pequeña masa del microhilo, carácter multifuncional, coste barato, tamaño miniaturizado y electrónica simplificada por la presencia de la fase dura,

6.1.1 Sensor basado en el método MSAMR

Antecedentes, SAMR Clásico: El método SAMR fue primeramente introducido por Narita en 1980 [NARI1980], con el objetivo de detectar pequeñas variaciones del vector imanación de muestras ferromagnéticas sobre las que se aplicaban tensiones externas. Para poder aplicar dicho método se necesita de una serie de condiciones:

- 1) La muestra debe ser saturada magnéticamente a lo largo de uno de sus ejes (normalmente el eje fácil de imanación de la muestra), así debe presentar una estructura con un solo dominio magnético. Esto se consigue usando un solenoide que produce un campo magnético DC constante, $H_{||}$, saturando la muestra en una dirección particular.
- 2) También la muestra necesita estar sometida a la acción de un campo alterno de pequeña amplitud, H_{\perp} , que se aplica perpendicularmente a la dirección de $H_{||}$, por ejemplo por medio de un par de bobinas de Helmholtz. Este pequeño campo alterno hace que la imanación oscile con un ángulo pequeño, θ , entorno al eje fácil.
- 3) La aplicación de tensiones, σ , en la muestra causa que varíe el ángulo de oscilación de la imanación respecto a la situación inicial.

Tradicionalmente, la variación de M con las tensiones era obtenida por una bobinas sensoras integradas. Otras soluciones electrónicas pueden ser adoptadas y aplicadas directamente para extrapolar las propiedades magnéticas o bien otras propiedades físicas, obteniendo así información sobre el estado de la muestra. La Figura 6.1a muestra un esquema del principio básico del método clásico SAMR:

El método SAMR ha sido usado durante muchos años, particularmente para evaluar la constante de magnetoestricción de saturación de muestras ligeramente magnetoestrictivas [NARI1980,ROS1986,LAC1984].

Un Nuevo método, MSAMR (SAMR Modificado): Una primera modificación del procedimiento experimental fue introducido por Hernando [HER1986,GOM1993], donde el campo AC era producido por una corriente AC a lo largo de la propia muestra

creándose un campo circular transversal, figura 6.1b, siendo innecesario el uso de las bobinas de Helmholtz.

Nosotros implementamos más aún el método, haciendo uso de los diferentes acoplamientos magnéticos introducidos por las capas externas. Por un lado, el acoplamiento magnetoelástico y magnetostático introducido por la capa externa dura es el encargado de saturar el núcleo blando. Por otro lado, la presencia de la capa intermedia de vidrio induce tensiones termoelásticas en el núcleo (solo en el caso del sensor de temperatura). Por lo tanto, el nuevo método MSAMR simplifica drásticamente la electrónica y no necesita el uso de equipamientos que produzcan campos externos (solenoides o bobinas de Helmholtz) ni de un sistema de aplicación de tensiones mecánicas [VAZ2006A,TORR2007D].

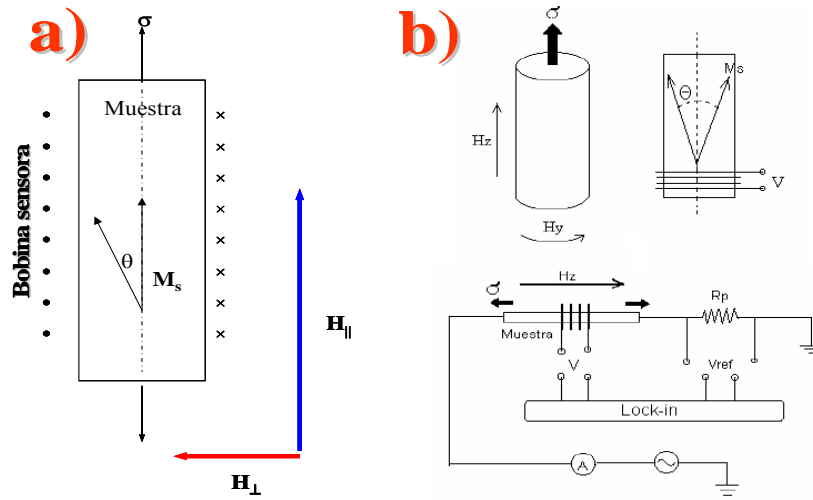


Fig. 6.1.- (a) Esquemas del método SAMR introducido por Narita y (b) mejorado por Hernando et al.

En la figura 6.2 se muestra el esquema de funcionamiento del método MSAMR: La capa externa satura el núcleo mediante el campo bias (de carácter magnetostático) y por las tensiones internas producidas durante el proceso de electrodeposición. El puente de impedancias (LCR meter) aplica en el núcleo una corriente excitadora AC, en el rango de frecuencias entre 10 kHz y 50 MHz, de pequeña amplitud que produce un campo circular AC el cual provoca pequeñas oscilaciones de la imanación con un ángulo θ alrededor de la posición de equilibrio en la dirección axial. Al mismo tiempo el puente de impedancias recoge la respuesta (Output) del núcleo. La existencia de alguna fuerza externa (temperatura, tensiones mecánicas, etc) actuando sobre el material sensor modificara la señal de salida, dando una lectura de las condiciones del medio externo. La señal de salida del núcleo en el microhilo bifásico puede ser recogida en forma de voltaje inducido, impedancia (módulo, parte real o imaginaria), susceptibilidad, permeabilidad. En nuestro caso hemos detectado la respuesta del sensor en forma de inductancia [TORR2007B,TORR2009D].

La energía magnética total se puede expresar como:

$$E = -\mu_0 M_s H_b \cos\theta - \mu_0 M_s h_{ac} \sin\theta + \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \sin^2 \theta + \frac{\mu_0 M_s^2}{2} (N_{per} \sin^2 \theta - N_{par} \cos^2 \theta) \quad (6.1)$$

su minimización respecto a la amplitud de oscilación θ nos permite obtener la expresión que relaciona la amplitud de las oscilaciones de la imanación con el campo bias y con las tensiones inducidas, ecuación (6.2).

$$\sin(2\theta) = \frac{h_{ac}}{H_b + M_s(N_{perp} - N_{para}) + 3\lambda_s\sigma/\mu_0 M_s} \quad (6.2)$$

donde N_{perp} y N_{par} son los respectivos factores de desimanación del núcleo. Notar que en el término σ están recogidas tanto las tensiones inducidas durante la fabricación del microhilo como las posteriores tensiones termoelásticas inducidas por temperatura. Finalmente, la permeabilidad circular así como la inductancia son proporcionales a la amplitud de las oscilaciones de la imanación, θ , acorde con la expresión (6.3) [PAN1995]:

$$L = \frac{\mu_{perp}lc^2}{2} = \frac{M_s \sin(2\theta)lc^2}{2h_{ac}} \quad (6.3)$$

Donde l es la longitud del núcleo ferromagnético y c es la velocidad de la luz.

En este apartado referido a los sensores basados en el método MSAMR, nos hemos centrado principalmente en el sensor de temperatura, en el cual hemos realizado un estudio más detallado, ya que a nuestro juicio es el resultado más novedoso y original. Aunque el sensor de tensión mecánica también presenta cierto interés desde el punto de vista tecnológico, sin embargo dicho sensor ha sido ya publicado y patentado previamente en materiales precursores, hilos y microhilos amorfos con vidrio [ZHU1996].

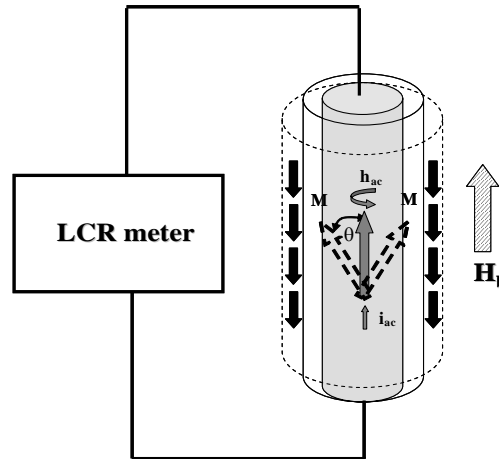


Fig. 6.2.- Esquema del método MSAMR introducido por Vázquez et al [TORR2009D].

6.1.1.1 Sensor de Temperatura [VAZ2006B,TORR2009D]

En el sensor de temperatura, la presencia de la capa intermedia de vidrio además de aislar la corriente eléctrica que circula por el núcleo de la capa externa, desempeña un papel más primordial: El cambio de temperatura induce fuertes tensiones internas cambiando de forma notable las propiedades magnéticas del núcleo. Esto se debe

principalmente a la gran diferencia en el coeficiente de expansión térmico que existe entre el vidrio (3 ppm) y el núcleo (12 ppm), lo cual fue exhaustivamente analizado en el apartado 4.2.2.1.

En la figura 6.3 se representa la dependencia de la inductancia de la fase blanda con la temperatura, entre 0 y 60 °C, para un microhilo GCM (sin capa externa) y un MM con $t_{\text{CoNi}} = 6 \mu\text{m}$ ($l_{\text{CoFe}} = 10 \text{ mm}$ y $l_{\text{CoNi}} = 7 \text{ mm}$), cuya fase dura se encuentra preimánada positivamente. La amplitud y frecuencia de la corriente AC son fijadas en 0.5 mA y 1 MHz, respectivamente. Se observa claramente que mientras la inductancia en el GCM es prácticamente constante en todo el rango de temperaturas, en el MM la inductancia experimenta un remarcable aumento con la temperatura. El comportamiento de la inductancia con la temperatura es casi lineal, salvo a altas temperaturas, donde crece todavía a mayor ritmo. Para este microhilo bifásico hemos obtenido una sensibilidad media de 6.3 %/°C. El hecho de que la inductancia del GCM presenta una respuesta casi insensible al cambio de temperatura, se debe a que el núcleo se encuentra desimánado, con lo que en esta muestra el método MSAMR no es aplicable y se necesitaría un campo externo axial.

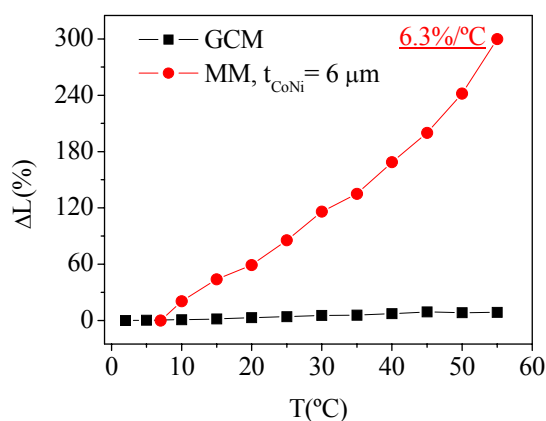


Fig. 6.3.- Evolución de la inductancia del núcleo en función de la temperatura para un GCM y un MM con $t_{\text{CoNi}} = 6 \mu\text{m}$ y preimánado positivamente [TORR2009D].

Finalmente, hay que destacar que es bien conocido por la literatura que este tipo de núcleos ferromagnéticos con comportamiento blando, poseen parámetros intrínsecos que dependen de la temperatura, como son la imanación de saturación y magnetostricción. Sin embargo, el cambio de las propiedades magnéticas con la temperatura debido a la saturación y magnetostricción son casi inapreciables en comparación con las tensiones termoelásticas. Además, se ha verificado experimentalmente que en hilos bicapas sin vidrio y con la misma configuración magnética (no mostrado aquí), su sensibilidad frente a la temperatura es drásticamente reducida en comparación con los microhilos multicapas¹.

a) Simulación de las tensiones termoelásticas y acoplamiento magnético [TORR2009D]

Para entender mejor el rol de las diferentes capas magnéticas del elemento sensor hemos decidido simular por un lado el efecto de las tensiones termoelásticas inducidas por el vidrio mediante la aplicación de tensiones mecánicas axiales de tracción (σ_{zz}), y por otro lado el efecto del acoplamiento magnético mediante un campo magnético axial. En la figura 6.4b se muestra la variación de la inductancia del núcleo

¹ La mejor sensibilidad que se ha obtenido en hilos bicapas ha sido de 1.5%/°C, cuando en algunos MM se han obtenido sensibilidades por encima de 20%/°C.

(corriente AC de 1 MHz y 0.5 mA) en función de las tensiones mecánicas para un GCM bajo la influencia de diferentes valores de campo magnético externo, H . De acuerdo con el valor de campo podemos distinguir diferentes comportamientos: i) en ausencia de campo la inductancia permanece constante con σ_{zz} ; ii) para $H \leq H_k$ ($H_k \sim 480$ A/m), la inductancia decrece con σ_{zz} ; iii) para $H > H_k$, la inductancia crece con σ_{zz} . Paralelamente, se ha realizado el mismo estudio en microhilos multicapas, pero en lugar de aplicar campo hemos variado el espesor de la capa externa de CoNi, la cual se encuentra preimantada positivamente, figura 6.4b. Podemos observar un comportamiento similar: a bajos espesores (5 μm) la inductancia decrece con σ_{zz} mientras que para altos espesores (20 μm) la inductancia presenta comportamiento opuesto. A la vista de los resultados presentados en las figuras 6.4, queda bien claro que el vidrio desempeña la misma función que la aplicación mecánica de tensiones externas, mientras que la capa externa con acoplamiento magnetostático y magnetoelástico simula el efecto de un campo magnético axial.

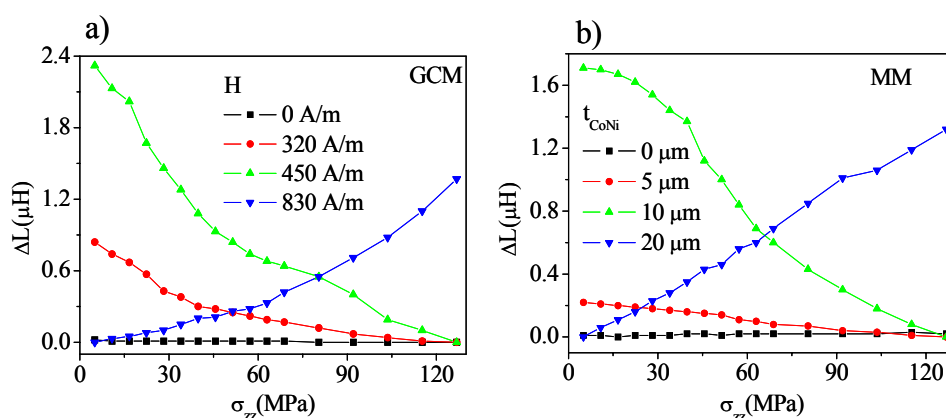


Fig. 6.4.- Dependencia de la inductancia del núcleo en función de las tensiones axiales de tracción para: a) GCM con campo aplicado y b) MM con diferentes valores de t_{CoNi} y sin campo aplicado [TORR2009D].

b) Influencia del espesor de la fase dura y frecuencia

Como era de esperar, el espesor de la fase dura y la frecuencia de la corriente excitadora determinan la respuesta del sensor de temperatura, ya que ambos parámetros influyen directamente en el acoplamiento magnético y en el efecto pelicular del núcleo, respectivamente. De acuerdo con el valor de t_{CoNi} , podemos diferenciar dos comportamientos con la temperatura, figuras 6.5:

-A pequeños valores de t_{CoNi} , 2 μm (figura 6.5a), la inductancia presenta un comportamiento no lineal con la temperatura, presentando una drástica variación en el rango de alta temperatura. Además, la sensibilidad promedio aumenta con la reducción de la frecuencia, obteniéndose sensibilidades cercanas a 45 %/°C para frecuencias de 10 kHz.

-A grandes espesores, 20 μm (figura 6.5b), la inductancia presenta un comportamiento con la temperatura bien definido y lineal, sin embargo la sensibilidad se ha reducido considerablemente, hasta 0.38 %/°C. En este caso la sensibilidad así como la dependencia con la temperatura es prácticamente invariable con la frecuencia.

La respuesta más optimizada para el sensor de temperatura sería una situación intermedia, como por ejemplo $t_{\text{CoNi}} = 6$ μm , donde prácticamente tenemos una respuesta lineal en un amplio rango de temperatura y la sensibilidad sigue siendo lo suficientemente elevada, 6.3 %/°C.

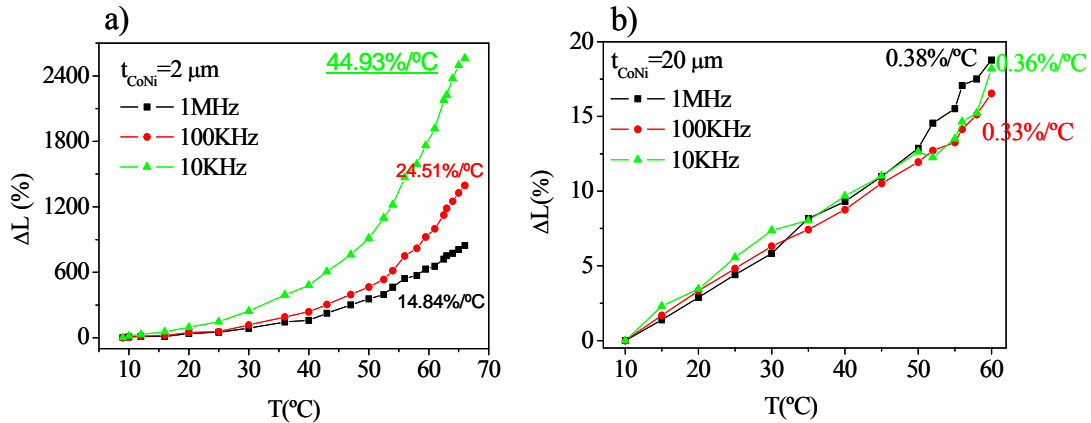


Fig. 6.5.- Dependencia de la inductancia del núcleo con la temperatura, en el rango de frecuencias entre 10 kHz y 1 MHz, para dos microhilos multicapas con diferente t_{CoNi} : a) $2 \mu m$ y b) $20 \mu m$.

c) Comparación con la teoría [TORR2009D]

Haciendo uso de las ecuaciones (6.2) y (6.3), podemos estimados teóricamente la respuesta del sensor de temperatura y compararlo con los resultados experimentales. Para el cálculo teórico de las tensiones termoelásticas hemos utilizado las ecuaciones introducida por Baranov [BARA1989] y usadas previamente en el capítulo 4, ecuación (4.14). Para un microhilo multicapa con $t_{CoNi} = 2 \mu m$ a una frecuencia de 100 kHz, el mejor ajuste se obtiene para un valor de $H_b = 20 A/m$, figura 6.6a. Mientras que para $t_{CoNi} = 20 \mu m$, la mejor estimación teórica se obtiene para $H_b = 120 A/m$. Estos valores de campo bias obtenidos teóricamente estan en buena consonancia con los calculados experimentalmente de los ciclos de histéresis y MI.

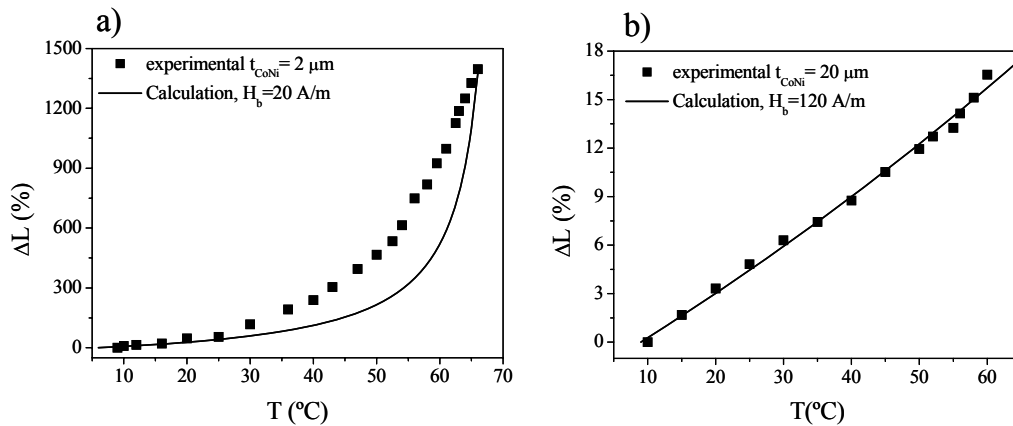


Fig. 6.6.- Respuesta del sensor de temperatura calculado teóricamente y comparado con los resultados experimentales para dos microhilos multicapas: (a) $t_{CoNi} = 2 \mu m$ y (b) $t_{CoNi} = 20 \mu m$ [TORR2009D].

d) Constante de tiempo [TORR2007B]

El sensor de temperatura presenta una rápida y eficiente respuesta a grandes cambios de temperatura como demuestra las figuras 6.7. Se ha medido el tiempo de respuesta de dos microhilos multicapas con diferente t_{CoNi} , respectivamente, para un cambio de temperatura de $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Hemos definido la constante de tiempo, τ , como el tiempo para el cual la inductancia final, L_f , decrece la cantidad $1/\ell$:

$$L_{\tau} = L_f - \frac{L_f - L_i}{\ell} \quad (6.4)$$

donde L_i es la inductancia inicial. Así hemos obtenido una constante de tiempo de 0.67 y 0.77 s para las muestras con un espesor de fase dura de 4 y 8 μm . El microhilo bifásico con $t_{\text{CoNi}} = 4 \mu\text{m}$ además de presentar menor valor de τ , su respuesta se estabiliza más rápido que el microhilo con $t_{\text{CoNi}} = 8 \mu\text{m}$. Por lo tanto, este dispositivo sensor puede ser más eficiente que la mayoría de los termómetros comerciales que existen en el mercado.

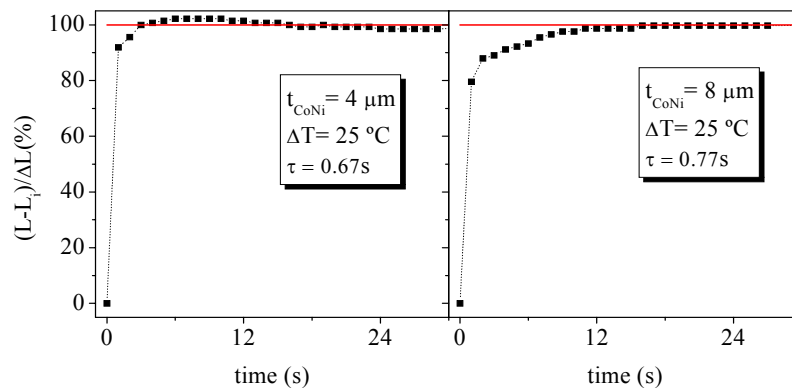


Fig. 6.7.- Tiempo de respuesta del sensor de temperatura usando dos microhilos multicapas con diferente t_{CoNi} : 4 y 8 μm .

e) Prototipo comercial

En nuestro laboratorio, el sensor de temperatura ha sido analizado usando un puente de impedancias (LCR meter). Sin embargo, ya se comentó que este sistema experimental es poco viable desde el punto de vista experimental, debido en gran parte al gran tamaño y elevado coste que supone el uso de este tipo de equipamiento. En la figura 6.8, proponemos un prototipo comercial del sensor de temperatura, acorde con su reducido tamaño y coste. Dicho prototipo está compuesto por una fuente de corriente AC (100 kHz y 1 mA) que excita el elemento sensor (microhilo bifásico) y cuya respuesta es amplificada por un pre-amplificador y limpiada por un filtro que funciona a 100 kHz. Por último, la lectura de la señal eléctrica (Output) nos la ofrece un lock-in amplificador.

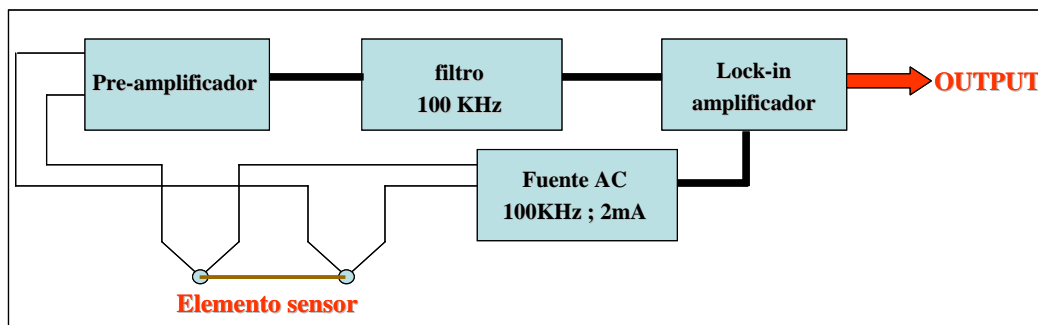


Fig. 6.8.-prototipo comercial del sensor de temperatura.

f) Sensor de temperatura aplicado a la biomedicina

La medida de la temperatura corporal es un método práctico e inmediato para diagnosticar estados febriles, hipotermias, infecciones y enfermedades de diferente

índole en el caso de fiebres muy duraderas. Las reducidas dimensiones del microhilo multicapa en el sensor de temperatura, así como su alta sensibilidad en el rango de temperaturas de interés entre 30 y 45 °C, le confiere un gran potencial en el campo de la biomedicina en una primera detección de estados febriles o hipotermias a través de la medida de la temperatura corporal. La temperatura corporal se encuentra regulada por el hipotálamo, el cual a su vez controla la temperatura de la sangre. Aprovechando las reducidas dimensiones del elemento sensor, el microhilo puede ser introduciendo en alguna arteria o vena, con el fin de medir la temperatura del torrente sanguíneo y dar una medida de la temperatura corporal más rápida y precisa que los clásicos termómetros que recogen dicha medida en la zona de las axilas. Además, existe la posibilidad de monitorizar la respuesta del microhilo, con lo cual se podía realizar un control exhaustivo de la temperatura corporal durante un tiempo prolongado en pacientes con tratamiento médico o que han sido operados.

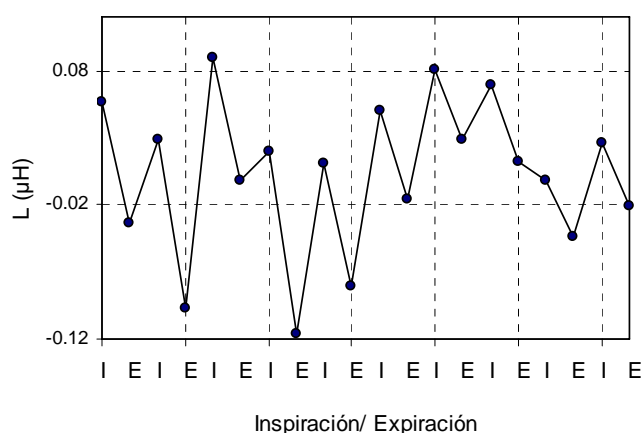


Fig. 6.9.- Análisis de la actividad respiratorio usando un microhilo bifásico. Se ha medida la respuesta eléctrica al final de cada inspiración y expiración, respectivamente.

Hasta el momento esta aplicación del sensor de temperatura es solo una propuesta y no se ha podido realizar ninguna prueba en diferentes pacientes debido a la complejidad que entraña, ya que lo primero de todo se necesitaría un equipo médico. Sin embargo si que se ha podido llevar a cabo otro tipo de test fisiológico, usando el principio del dispositivo sensor para controlar la actividad respiratorio, figura 6.9. El test se ha realizado en la Universidad de Viena a cargo del grupo liderado por el Prof. Helmut Pfützner. El microhilo bifásico ha sido situado justamente en los orificios de entrada de la nariz y se ha medido la inductancia al final de cada inspiración e expiración. Podemos observar que durante la inspiración la inductancia aumenta, mientras que en la expiración disminuye, lo cual es debido a la diferencia de temperatura entre el aire del medio ambiente y el de nuestros pulmones.

6.1.1.2 Sensor de tensión mecánica

El hecho de que el núcleo ferromagnético presente la propiedad intrínseca de la magnetostricción, le hace altamente sensible a la detección directa de tensiones mecánicas externas de cualquier tipo: tracción, torsión y flexión. En los últimos 15 años, ha sido ampliamente demostrado y publicado que los materiales magnéticos amorfos (cintas, hilos y microhilos recubiertos de vidrio amorfos) son candidatos ideales en su uso como sensores de tensión [ZHU1996]. Los microhilos bifásicos siguen teniendo una

excelente respuesta frente a tensiones mecánicas, con la ventaja que su comportamiento se puede modelizar y optimizar mediante la presencia de la capa externa dura. Como ejemplo, las figuras 6.10a y 6.10b muestran la evolución de la inductancia del núcleo (corriente AC de 1 MHz y 0.5 mA) para un microhilo multicapa con $t_{\text{CoNi}} = 12 \mu\text{m}$ bajo la acción de tensiones de tracción y flexión respectivamente [TORR2007B].

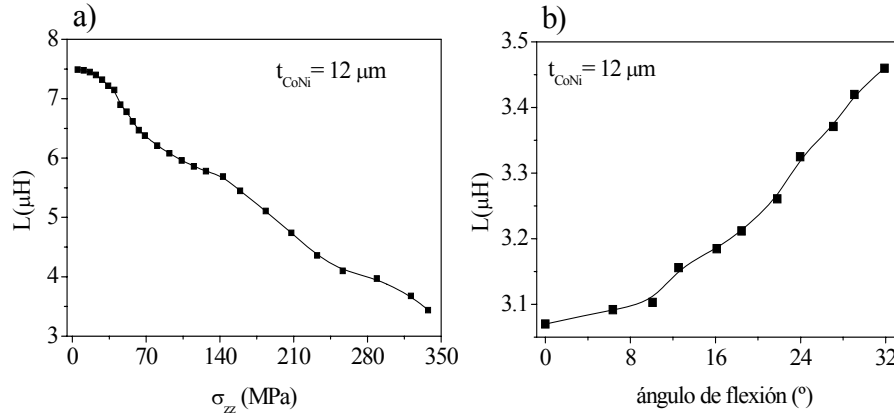


Fig. 6.10.- Evolución de la inductancia para un microhilo multicapa, $t_{\text{CoNi}} = 12 \mu\text{m}$, en función de las tensiones mecánicas de (a) tracción y (b) flexión [TORR2007B].

Al igual que en el apartado anterior, el sensor de tensión puede ser aplicado en el campo de la medicina. Una aplicación muy importante reportado hace unos años por el grupo de Helmut Pfütner (Universidad de Viena), es el uso de un sensor magnetoelástico de curvatura de la piel en el control de la actividad fisiológica en el sueño, en pacientes enfermos o que han sufrido un accidente. El elemento sensor está formada por una cinta bicapa formada por una capa magnética con alta λ_s y otra capa no magnética, cuya función es balancear las tensiones internas en el material magnético produciendo un mayor cambio de la permeabilidad ante la presencia de tensiones externas. En las figuras 6.11, se presentan dos ejemplos de test clínicos realizados con dichas cintas bicapas: (a) actividad del ojo (fases del sueño, REM) y (b) la actividad cardiorrespiratorio fijando el sensor en el cuello. Dicho sensor permite también la supervisión de la respiración (en boca y nariz), la presión de la sangre, movimientos de determinadas partes del cuerpo durante el sueño, etc [PFU2006,KAN2006].

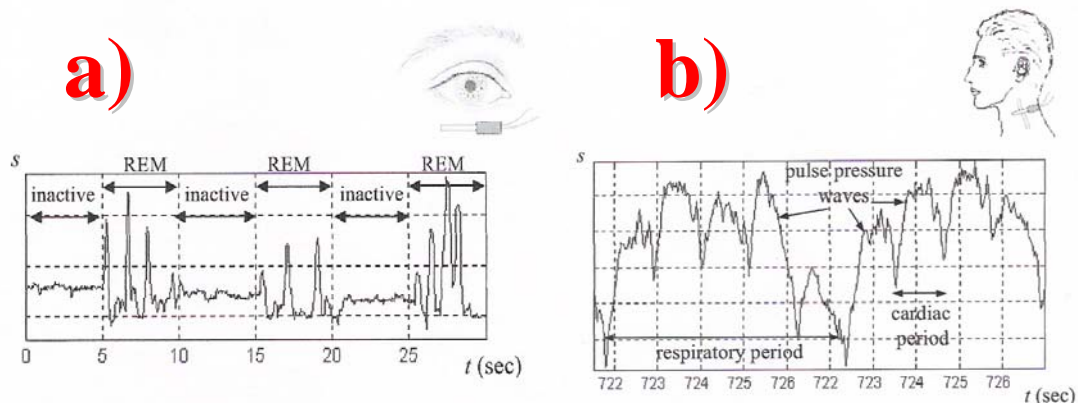


Fig. 6.11.- (a) Análisis de la actividad fisiológica del ojo (fases REM) y (b) de la actividad cardiorrespiratorio [PFU2006].

Hasta la fecha, no se ha realizado ningún análisis médico del mismo estilo con los microhilos multicapas (o en cualquier otro sistema bifásico analizado en esta

memoria). Sin embargo, las excelentes propiedades magnetoelásticas de los MM bifásicos llevan consigo que la integración de dichos materiales en sensores fisiológicos sea uno de nuestros objetivos de futuros, con la intención de mejorar la respuesta obtenida en las cintas bicapas.

6.1.2 Sensor magnético basado en la magnetoimpedancia asimétrica, AMI [TORR2009A]

El fenómeno de la MI en microhilos amorfos debido al efecto pelicular tiene un gran potencial como sensor magnético. Dicho fenómeno genera grandes cambios de impedancia a pequeños cambios de campo magnético (del orden del campo terrestre), que le hace un excelente candidato como sensor de posición y movimiento. La componente diagonal de la MI (Z_{zz})² presenta un comportamiento simétrico y de doble pico, figura 6.12a. Sin embargo, en este tipo de sensores magnéticos se busca una respuesta lineal de la Z (o voltaje inducido V) con el campo para obtener una respuesta lo más optimizada posible. Una primera solución al problema de la linealidad radica en trabajar únicamente en aquella región donde el comportamiento es lineal. Esto requiere de un desplazamiento artificial del campo cero a impedancias intermedias entre su valor máximo y mínimo. Esta solución fue aplicada por la empresa japonesa Aichi Steel, usando un circuito bias autopulsado³ [MOH2002], para comercializar con gran éxito este tipo de sensores integrados en teléfonos móviles el cual ofrece una multitud de aplicaciones: navegador GPS, juegos, etc [MOH2007].

En los últimos años se está trabajando en la obtención de comportamiento asimétrico en la MI, en términos de mejorar su respuesta lineal entorno a campo cero. Principalmente hay dos formas de obtener una MI asimétrica: i) aplicando una corriente DC [KRA2003B, SEO2004] o ii) midiendo la componente no diagonal de la MI ($Z_{\phi z}$, figura 6.12b) haciendo uso de una pick-up (bobina detectora) enrollada alrededor del microhilo [SAN2004]. Sin embargo estos métodos presentan varias desventajas: requieren de una electrónica adicional y en el caso del dispositivo con la corriente DC consume mucha energía y presenta complicaciones en el posicionamiento del imán

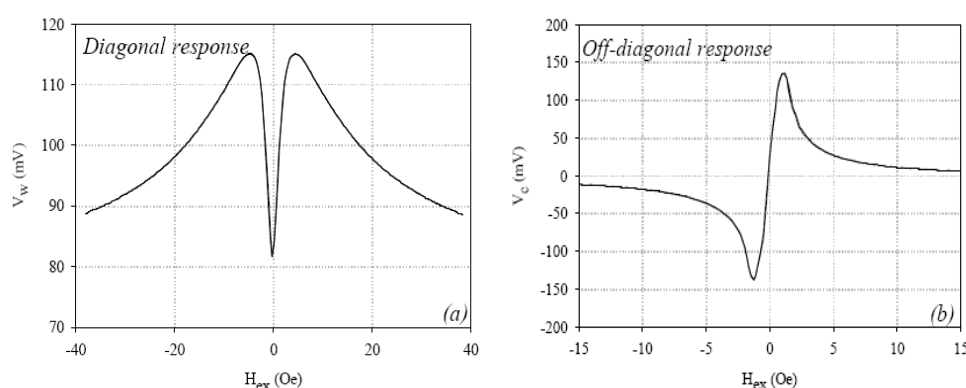


Fig. 6.12.- (a) componente diagonal y (b) no diagonal de la MI para un microhilo amorfo [SAN2004].

En los microhilos bifásicos, la presencia de la capa externa dura produce un comportamiento asimétrico de la componente diagonal de la MI, Z_{zz} , como ya se analizó

² Es la componente que hemos analizado en el capítulo 5.

³ Del inglés self-pulse biasing circuit.

en el capítulo 5. El control de la respuesta asimétrica así como su comportamiento lineal a campo bajos reside en el estado magnético y dimensiones de la fase dura. En nuestro estudio se obtuvo la respuesta más óptima, para un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 4 \mu\text{m}$ y una corriente excitadora de 50 MHz y 5 dBm [TORR2009A], figura 6.13. Esta muestra presenta una respuesta lineal entorno a $\pm 100 \text{ A/m}$ con una sensibilidad de $0.2 \Omega/(\text{A/m})$. La sensibilidad y rango de linealidad de la MI pueden ser aún bastante mejorados, realizando un estudio detallado con las dimensiones y composición de las diferentes capas del microhilo y con los parámetros de la señal excitadora, amplitud y frecuencia.

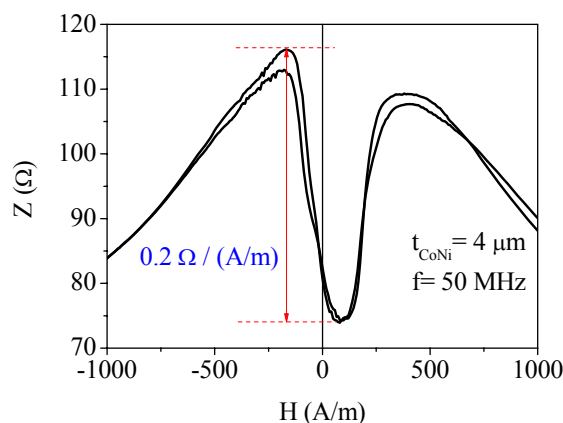


Fig. 6.13.- MI asimétrica de un microhilo multicapa CoFe/CoNi con $t_{\text{CoNi}} = 4 \mu\text{m}$. La corriente excitadora tiene una frecuencia de 50 MHz y una amplitud de 5 dBm [TORR2009A].

Por lo tanto, el posible uso en un futuro de los microhilos bifásicos con MI asimétrica en sensores de posición y movimiento podría reducir la electrónica del microchip y su coste, haciendo innecesario la presencia de una pick-up y/o de un sistema de aplicación de corriente DC.

6.2 Absorción electromagnética [TORR2009C]

Otra aplicación tecnológica de los microhilos multicapas bifásicos sería el diseño de sistemas antirradars aprovechando la excepcional absorción electromagnética que presenta en el rango de las microondas. Anteriormente, ha habido varios intentos de usar el material precursor, GCM, como elemento antirradar en vehículos militares, fijando los microhilos a su fuselaje o carrocería mediante una pintura especial. En nuestro caso, el uso de microhilos bifásicos en lugar de los microhilos GC, ampliaría el rango de absorción, como consecuencia de la presencia del segundo pico de resonancia (FMR2), figura 6.14, mejorando su rendimiento.

Recientemente se ha demostrado que la inserción periódica de GCM embebidos en una matriz aislante (por ejemplo polimérica) ofrece un gran potencial en el diseño de nuevos materiales “zurdos” [MAK2005] (“metamateriales”). Reciben este nombre debido a que no cumplen la regla de la mano derecha y según la ley de Snell se dispersa en el material con ángulo negativo, lo que significa un índice de refracción también negativo. Desde que fueron descubiertos por primera vez [BARA1998B], la comunidad científica ha demostrado un gran interés dadas sus atractivas aplicaciones tecnológicas, caracterizadas por una permitividad y permeabilidad negativa. De entre todas ellas, las de mayor importancia son aquellas relacionadas con las propiedades de sintonización

de la permitividad efectiva y su absorción relativa y como cubierta interna de guías de onda [GUR1963].

Las propiedades electromagnéticas de estos materiales compuestos son generalmente analizadas en términos de parámetros efectivos macroscópicos: permitividad dieléctrica ϵ_{eff} y permeabilidad magnética μ_{eff} , las cuales son calculadas promediando las respuestas de los constituyentes del material [MAK2003]. Las inclusiones de microhilos finitos se comportan como un dipolo eléctrico dispersor. En este caso, la dispersión de la permitividad efectiva puede oscilar desde aquellas de relajación a las de tipo resonancia, dependiendo de la conductividad y las dimensiones de las inserciones [KOL1991,LAG1996]. El espectro de resonancia de ϵ_{eff} tiene lugar cerca de la resonancia de antena⁴ para la inserción de un hilo individual. La contribución resonante a ϵ_{eff} puede llegar a ser tan grande que su parte real tome valores negativos, lo cual es muy importante dada la actual tendencia de crear materiales con un índice de refracción negativo [PEN2000,SHE2001]. Se ha demostrado teóricamente [BARL1999,MAK2003] que la magnitud física que controla la dispersión característica de ϵ_{eff} se relaciona con la impedancia superficial, que involucra la permeabilidad y la conductividad de las inserciones. Por lo tanto, en el caso de hilos ferromagnéticos la permitividad efectiva puede depender del campo magnético estático a través de la correspondiente dependencia de la permeabilidad AC de la matriz. Por lo tanto ϵ_{eff} en el rango de las microondas del “composite” va a estar controlado por el campo magnético externo. Mientras que la longitud y permeabilidad magnética del microhilo junto con la permitividad dieléctrica de la matriz van a determinar el rango de frecuencias operativo.

Por otro lado la μ_{eff} está controlado principalmente por la permeabilidad de los microhilos magnéticos, cuyo resonancia ferromagnética (FMR) proporciona valores negativos.

El diseño de nuevos metamateriales usando los MM bifásicos en lugar de GCM, puede presentar la ventaja de controlar la ϵ_{eff} y μ_{eff} del “composite” a través del acoplamiento magnetoelástico y magnetostático. Además, la presencia de un segundo pico de resonancia (FMR2), figura 6.14, puede ampliar el rango de frecuencia operativo del metamaterial.

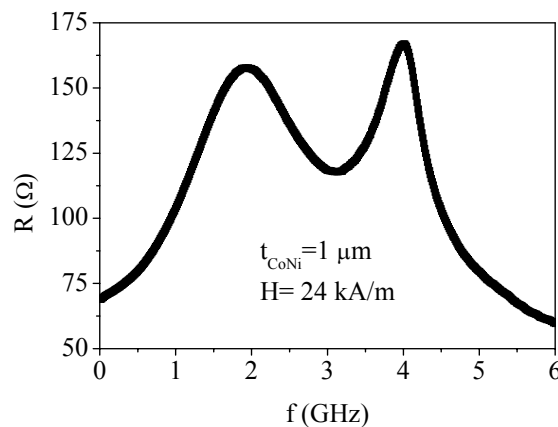


Fig. 6.14.-Espectro de resonancia ferromagnética de un microhilo multicapa CoFe/CoNi, $t_{CoNi}=1\ \mu m$, a campo magnético DC constante de 24 kA/m.

⁴ $f_{res,n} = c(n-1/2)\sqrt{\epsilon}$; con c la velocidad de la luz, ϵ la permitividad dieléctrica de la matriz y $n \geq 1$ un número entero (espectro discreto)

Capítulo 7

Modelo teórico

En la primera parte del último capítulo presentamos un modelo teórico, basado en la aproximación micromagnética, para GCM ricos en CoFe con magnetostricción negativa. Esta familia de microhilos presenta una configuración magnética compuesta por una parte interna con imanación axial y una parte externa con imanación circular. El modelo micromagnético lo hemos dividido en dos partes:

- Modelo estático:** comportamiento magnético bajo la aplicación de un campo magnético DC orientado axialmente, cálculo del ciclo de histéresis.

- Modelo dinámico:** Comportamiento magnético a altas frecuencias bajo la acción de un campo axial AC de pequeña amplitud, cálculo de los modos de spin y de la susceptibilidad axial.

En la segunda parte, dicho modelo es extendido a la familia de los microhilos multicapas CoFe/CoNi, considerando el acoplamiento magnetoelástico introducido durante la electrodeposición como un término adicional en el término de la energía de anisotropía y usando el modelo teórico desarrollado por Escrig para el cálculo teórico del campo bias generado por las cargas descompensadas de la fase dura [ESC2007,ESC2009]

7.1 Micromagnetismo

El proceso de inversión de la imanación en medidas convencionales de ciclos de histéresis consiste básicamente en una serie de estados estacionarios. El tiempo de medida (del orden de los milisegundos) es lo suficientemente largo que nos permite ignorar los efectos dinámicos (en el rango de los picosegundos). Para este tipo de procesos se usa la aproximación micromagnética introducida por Brown [BRO1963]. El micromagnetismo es una aproximación semiclásica que considera a la imanación un vector que es función de las coordenadas espaciales $M(r)$, pero con un modulo constante $|M(r)| = M_s$. Esto implica una aproximación continua que ignora los efectos discretos. Para los cálculos micromagnéticos es más útil usar la imanación normalizada a la saturación, $m(r) = M(r)/M_s$. Por lo tanto las densidades de energías discretas usadas a nivel atómico son sustituidas por un funcional de $m(r)$.

$$\mathcal{E}_{tot} = \mathcal{E}_{ex} + \mathcal{E}_k + \mathcal{E}_{dem} + \mathcal{E}_Z \quad (7.1)$$

$$\mathcal{E}_{ex} = A(r) \left[(\nabla m_x)^2 + (\nabla m_y)^2 + (\nabla m_z)^2 \right] \quad (7.2)$$

$$\mathcal{E}_k = -K(r) m^2(r) \quad (7.3)$$

$$\varepsilon_{dem} = -\frac{\mu_0}{2} m(r) H_{dem}(r) \quad (7.4)$$

$$\varepsilon_z = -\mu_0 M(r) H_{ext}(r) \quad (7.5)$$

El estado de imanación se obtiene mediante la minimización de la densidad de energía total respecto a la función $m(r)$. Por lo tanto debemos resolver el $\min \varepsilon_{tot}(m(r))$ con la restricción $|m(r)| = 1$. Hay que remarcar que el proceso de minimización depende de las condiciones iniciales y que el estado final es totalmente dependiente del estado inicial¹. El problema variacional satisface la ecuación de Euler-Lagrange:

$$\frac{\delta \varepsilon_{tot}}{\delta m(r)} = 0 \quad (7.6)$$

con la adición de un multiplicador de Lagrange proporcional a $m(r)$, la solución del problema variacional también verifica la condición de Brown para el mínimo.

$$\frac{\delta \varepsilon_{tot}}{\delta m(r)} \times m(r) = 0 \quad (7.7)$$

definiendo el campo efectivo como:

$$H_{eff} = -\frac{1}{\mu_0 M_s} \frac{\delta \varepsilon_{tot}}{\delta m(r)} \quad (7.8)$$

Así, la condición de Brown se puede reescribir:

$$m \times H_{eff} = 0 \quad (7.9)$$

Esta ecuación implica que el torque es cero y que la imanación es siempre paralela a un campo efectivo H_{eff} .

$$H_{eff} = H_{ex} + H_k + H_{ext} + H_z \quad (7.10)$$

Antes del diseño de los eficientes ordenadores, el micromagnetismo fue una teoría analítica y muchos resultados analíticos fueron extraídos a partir de ella. Sin embargo, todos ellos estaban basados en simplificaciones y eran limitados a ciertas aplicaciones. En los métodos numéricos, dividimos o discretizamos la muestra por una longitud característica que considera la imanación constante dentro de cada elemento.

Hay dos parámetros físicos relevantes que debemos tener en cuenta a la hora de seleccionar el tamaño de la longitud característica: uno es la anchura de pared

$$\delta = \sqrt{\frac{A}{K}} \quad (7.11)$$

¹ Esto también es el caso de los experimentos.

Este parámetro determina el espesor de la pared de dominio que separa dos regiones con diferente orientación de la imanación. La ecuación (7.11) corresponde a la anchura de una pared de Bloch correspondiente a materiales cuya principal fuente de anisotropía es la magnetocristalina (materiales duros).

El otro parámetro de relevancia es la longitud de canje:

$$l_{ex} = \sqrt{\frac{2A}{\mu_0 M_s^2}} \quad (7.12)$$

Dicho parámetro determina la longitud bajo la cual las interacciones de canje atómicas dominan los campos magnetostáticos. La longitud de canje es proporcional a la anchura de la pared de Neel. Este tipo de paredes que solo contienen cargas de volumen aparecen en láminas delgadas de materiales blandos. Con lo cual, para una correcta descripción de la estructura magnética, la longitud de discretización debe ser menor que la anchura de la pared pero incluyendo suficiente átomos para que la aproximación continua sea válida.

En materiales amorfos, donde la principal fuente de anisotropía es magnetoelástica, no tiene sentido considerar la anchura de pared δ y si por el contrario la longitud característica Δ gobernada por la anisotropía magnetoelástica:

$$\Delta = \sqrt{\frac{A}{K_{elast}}} = \frac{2A}{3\lambda_s \sigma} \quad (7.13)$$

Por último, la dependencia de la imanación respecto al tiempo puede obtenerse directamente a partir de la precesión amortiguada de la imanación en un campo magnético, que viene dada por la ecuación de Landau-Lifshitz-Gilbert, analizada en mayor detalle en la sección 1.4.1.2:

$$\frac{dm}{dt} = -\gamma_0 m \times H_{eff} + \alpha m \times \frac{dm}{dt} \quad (7.14)$$

7.2 Modelo micromagnético en microhilos CoFe recubiertos de vidrio

En nuestro modelo micromagnético hemos tenido en cuenta varias aproximaciones: A y $K=K_{elast}$ constantes con la componente radial y la imanación independiente de la coordenada axial, \hat{z} .

7.2.1 Modelo estático [TORR2009E]

La imanación del núcleo acorde con su configuración magnética, figura 7.1, está compuesta por una parte interna con imanación axial y otra externa con imanación circular y puede ser definida según la ecuación (7.15):

$$m = -\frac{y}{r} \sin \theta \hat{x} + \frac{x}{r} \sin \theta \hat{y} + \cos \theta \hat{z} \quad (7.15)$$

donde θ define la orientación de la imanación entre la dirección axial y circular. Hemos normalizado m_x y m_y a la componente radial para que la imanación cumple la condición del micromagnetismo, $|m|=1$. Además su divergencia es 0, $\nabla m = 0$, lo cual es coherente con el hecho de que en la parte externa la imanación sea completamente circular.

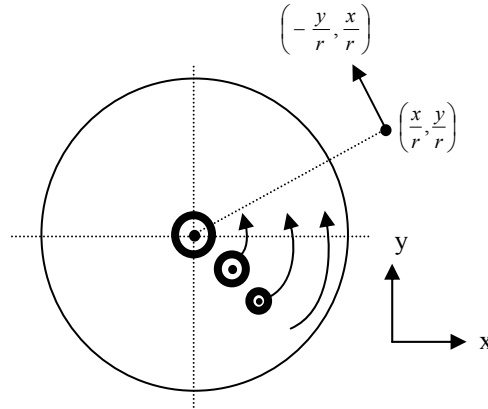


Fig. 7.1.-Esquema de la configuración magnética del núcleo CoFe para el modelo estático.

a) Cálculo y minimización de la densidad de energía

Para el núcleo amorfo rico en CoFe, las principales términos que contribuyen a la energía son los términos de canje y el magnetoelástico. Hemos despreciado la energía de desimanación, lo cual es razonable en el caso del modelo estático y simplifica mucho los cálculos. Por lo tanto la densidad de energía total del núcleo viene dada por (ver apéndice A.II):

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{ex} + \varepsilon_k = A \left[\frac{\sin^2 \theta}{r^2} + \left(\frac{d\theta}{dr} \right)^2 \right] + K \cos^2 \theta \quad (7.16)$$

y presenta una forma muy similar a la densidad de energía obtenida en el caso del vórtice [FEL1965], con la salvedad de que en este caso tenemos el término magnetoelástico en lugar del desimanador. El perfil de imanación se obtiene a partir de la minimización de la densidad de energía mediante la ecuación de Euler-Lagrange obteniéndose:

$$A \left[\frac{2 \sin \theta \cos \theta}{r} - 2 \frac{d}{dr} \left(r \frac{d\theta}{dr} \right) \right] - 2Kr \sin \theta \cos \theta = 0 \quad (7.17)$$

Para obtener una ecuación diferencial más simplificada y fácil de resolver normalizamos la componente radial a la longitud característica Δ , esto es $r = \rho \Delta$. Finalmente, la ecuación diferencial que nos da el perfil de imanación para el núcleo de CoFe queda reducida a la expresión (7.18)

$$\frac{d^2\theta}{d\rho^2} = -\frac{1}{\rho} \frac{d\theta}{d\rho} + \left(\frac{1}{\rho^2} - 1 \right) \cos\theta \sin\theta \quad (7.18)$$

b) Procedimiento numérico.

La ecuación diferencial (7.18) no se puede resolver de forma analítica, teniendo que echar mano de los métodos numéricos. Para su resolución numérica hemos usado el método de Runge-Kutta de segundo orden (apéndice A.II) y la condición de frontera²:

$$\left. \frac{d\theta}{d\rho} \right|_{R/\Delta} = 0 \quad (7.19)$$

es decir, la derivada del ángulo en la superficie del cilindro es 0. Por lo tanto debemos seleccionar el valor de la derivada del ángulo evaluada en el centro del microhilo, tal que nos de el perfil correcto de la imanación, y para ello debe cumplir la condición de frontera de la ecuación 7.19 [FEL1965]. A partir de ahora y por comodidad, vamos a definir a la derivada del ángulo en el centro y en la superficie como derivada inicial y final, respectivamente. En la figura 7.2 representamos la derivada final en función de la derivada inicial, para diferentes valores de $\rho_{max} = R/\Delta$. Este estudio nos dará el valor de la derivada inicial que cumple la condición de frontera (corte con el eje \hat{x} de las diferentes curvas). Para estos cálculos hemos escogido un microhilo rico en CoFe con $A=3.3 \cdot 10^{-11}$ J/m, $\mu_0 M_s=0.7$ T, $H_k=480$ A/m y $\Delta=0.44$ μ m. En el rango estudiado, para $\rho_{max} \leq 5$ solo encontramos una solución; sin embargo, para $\rho_{max} > 5$ aparecen dos o más soluciones. En este caso solo una de las soluciones es la correcta y debemos recurrir al cálculo de la energía según la ecuación (7.20), figuras 7.3a, cuyo mínimo nos dará el valor correcto de la derivada inicial:

$$E = \int \left[\frac{\sin^2 \theta}{\rho} + \rho \left(\frac{d\theta}{d\rho} \right)^2 + \rho \cos^2 \theta \right] d\rho \quad (7.20)$$

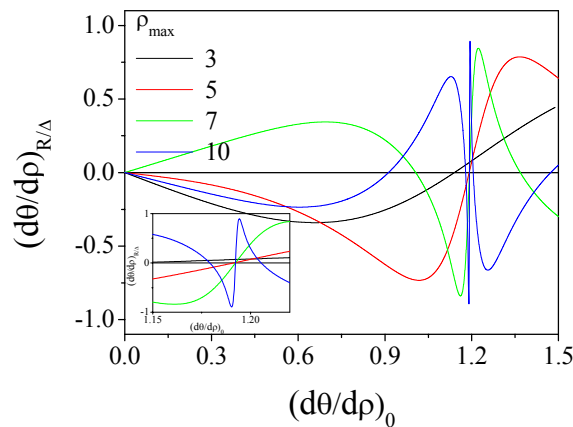


Fig. 7.2.- Evolución de la derivada final con la derivada inicial para diferentes valores de ρ_{max} .

Si nos concentramos en la curva correspondiente a $\rho_{max}=10$, podemos observar que el mínimo de la energía se halla para un valor de la derivada inicial entorno a 1.192. Para

² Inicialmente usamos la misma condición de frontera reportado en el cálculo del vórtice en [FEL1965]

comprobar la validez de este resultado, en la figura 7.3b hemos calculado el perfil de imanación para $\rho_{\max}=10$, teniendo en cuenta los diferentes valores de la derivada inicial que verifica la condición de frontera obtenidos de la figura 7.2. Se observa claramente que únicamente $d\theta/d\rho|_0 = 1.1922$ da el perfil correcto de imanación convergiendo a $\pi/2$ rad.

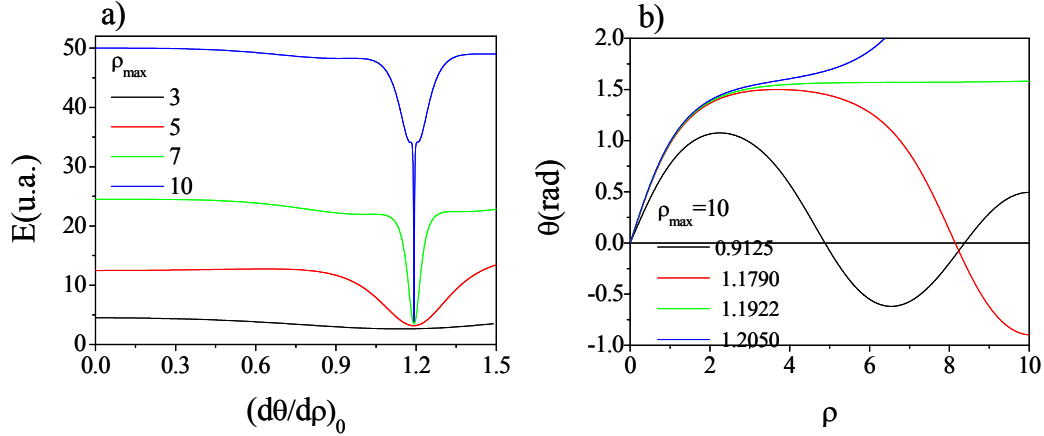


Fig. 7.3.- (a) Dependencia de la energía con la derivada inicial para diferentes valores de ρ_{\max} . (b) Perfiles de imanación para $\rho_{\max}=10$ y diferentes valores de derivada inicial que verifican la condición de frontera.

c) Resultados de las simulaciones

Teniendo en cuenta todas estas directrices, hemos calculado el perfil de imanación para tres microhilos recubiertos de vidrio con la misma composición y radio de núcleo ferromagnético, $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.84}\text{Ni}_{1.44}\text{B}_{11.53}\text{Si}_{14.47}\text{Mo}_{1.66}$ ($A=3.3 \cdot 10^{-11}$ J/m y $\mu_0 M_s=0.7$ T) y $R=8.5$ μm y diferente espesor de vidrio, figuras 7.4. El efecto del espesor de vidrio se refleja en el valor del campo de anisotropía circular. Así, los microhilos con $t_g=12, 8.5$ y 4 μm corresponden a $H_k=480, 350$ y 180 A/m, respectivamente. De la evolución del ángulo θ y de la imanación axial m_z con la componente radial, se observa que según aumenta t_g crece (disminuye) el volumen con imanación circular (axial). Por lo tanto este cálculo teórico está en total concordancia con los resultados experimentales en las figuras 4.73.

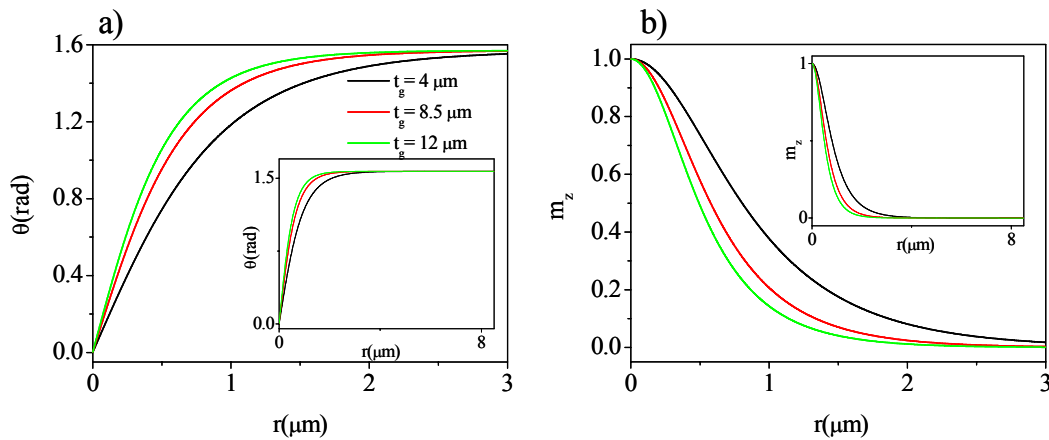


Fig. 7.4.-Evolución de (a) θ y (b) m_z para microhilos $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.84}\text{Ni}_{1.44}\text{B}_{11.53}\text{Si}_{14.47}\text{Mo}_{1.66}$ recubiertos de vidrio con $R=8.5$ μm y diferente t_g .

d) Ciclo de histéresis.

Para poder calcular el ciclo de histéresis mediante nuestro modelo, tenemos que introducir un campo magnético axial, H , lo cual se refleja en la densidad de energía total mediante el término de Zeeman:

$$\varepsilon_{tot} = A \left[\frac{\sin^2 \theta}{r^2} + \left(\frac{d\theta}{dr} \right)^2 \right] + K \cos^2 \theta - \mu_0 M_s H \cos \theta \quad (7.21)$$

En este caso, la ecuación diferencial del perfil de imanación viene dado por la ecuación (7.22):

$$\frac{d^2 \theta}{d\rho^2} = -\frac{1}{\rho} \frac{d\theta}{d\rho} + \sin \theta \cos \theta \left(\frac{1}{\rho^2} - 1 \right) + h \sin \theta \quad (7.22)$$

donde h es el campo magnético normalizado al campo de anisotropía circular $H_k = 2K/\mu_0 M_s$. Al igual que antes, resolvemos la ecuación diferencial numéricamente mediante el método de Runge-Kutta de segundo orden, imponiendo la misma condición de frontera y haciendo uso del cálculo de la energía para obtener el valor correcto de la derivada inicial.

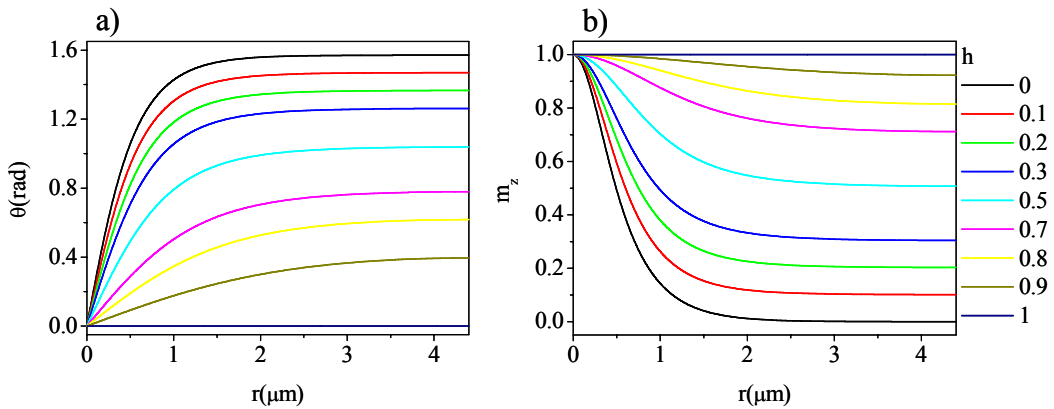


Fig. 7.5.- Evolución de (a) θ y (b) m_z con el campo magnético para un microhilo $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.84}\text{Ni}_{1.44}\text{B}_{11.53}\text{Si}_{14.47}\text{Mo}_{1.66}$ recubierto de vidrio con $R=8.5 \mu\text{m}$ y $t_g=12 \mu\text{m}$.

Las figuras 7.5 representan la evolución del ángulo θ (a) y de la imanación axial m_z (b) con la componente radial de un GCM rico en CoFe para diferentes valores del campo magnético reducido h , entre 0 y 1. Para estos cálculos se ha seleccionado de nuevo un microhilo con composición $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.84}\text{Ni}_{1.44}\text{B}_{11.53}\text{Si}_{14.47}\text{Mo}_{1.66}$, $R=8.5 \mu\text{m}$ y $H_k=480 \text{ A/m}$. El valor asintótico de θ disminuye con h , alcanzando el valor 0 cuando $h=1$, mientras que el de m_z aumenta, saturándose cuando alcanza el valor 1.

Finalmente, la figura 7.6 muestra el correspondiente ciclo de histéresis obtenido mediante el promedio de la imanación axial, calculado a partir de la figura 7.5b.

$$\langle m_z \rangle = \frac{\int_0^R m_z r dr}{\int_0^R r dr} \quad (7.23)$$

En el interior de la figura 7.6 podemos observar un zoom del ciclo de histéresis en la zona próxima a campo nulo, el cual nos muestra la existencia de una pequeña remanencia positiva. Dicha remanencia es debida a la presencia en el microhilo de CoFe de la parte interna con imanación axial. Experimentalmente se sabe, que la inversión de la imanación de estos dominios axiales es mediante propagación de paredes, sin embargo nuestro modelo teórico no describe bien del todo este mecanismo de inversión. Por lo tanto si nos movemos hacia campos negativos, el volumen de la parte central del microhilo con imanación axial se va estrechando poco a poco pero nunca satura completamente [AHA1996].

La figura 7.6 reproduce muy bien el comportamiento del ciclo de histéresis obtenido experimental en la figura 4.10a, lo cual demuestra la validez de nuestro modelo teórico.

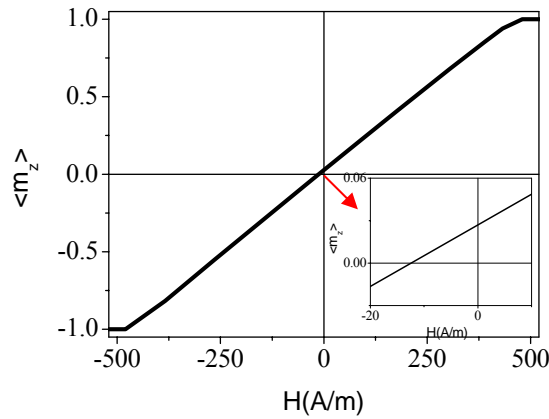


Fig. 7.6.- Cálculo del ciclo de histeresis para un microhilo $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.84}\text{Ni}_{1.44}\text{B}_{11.53}\text{Si}_{14.47}\text{Mo}_{1.66}$ recubierto de vidrio con $R=8.5\ \mu\text{m}$ y $t_g=12\ \mu\text{m}$.

7.2.2 Modelo dinámico [TORR2009F]

En el modelo dinámico, las pequeñas oscilaciones de la imanación alrededor de su posición de equilibrio van a ser introducidas por los vectores u y v que representan pequeños movimientos de la imanación entorno a las componentes circular y radial, respectivamente ($u, v \ll 1$). Por simplificación de los cálculos, definimos un nuevo ángulo $\phi = \theta + u$, siendo θ la componente angular en el caso del modelo estático. Por lo tanto los pequeños movimientos de la imanación pueden ser expresados como:

$$d\vec{m} = d\phi \cos v \vec{e}_\phi + dv \vec{e}_v \quad (7.24)$$

Teniendo en cuenta las anteriores definiciones e imponiendo la condición de micromagnetismo $|\vec{m}|=1$, podemos expresar la imanación para el modelo dinámico según la ecuación (7.25):

$$\vec{m} = \left(-\frac{y}{r} \sin \phi + \frac{x}{r} \sin v \right) \hat{x} + \left(\frac{x}{r} \sin \phi + \frac{y}{r} \sin v \right) \hat{y} + (\cos \phi \cos v) \hat{z} \quad (7.25)$$

Notar que si u y v son cero tenemos la imanación del modelo estático, ecuación (7.15).

a) Cálculo de la densidad de energía

Computamos la densidad de energía total del sistema teniendo en cuenta sus diferentes contribuciones (ver apéndice A.III) :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{tot} = \varepsilon_{ex} + \varepsilon_{dem} + \varepsilon_k + \varepsilon_z = A \left[\cos^2 v \left(\frac{d\phi}{dr} \right)^2 + \frac{\sin^2 \phi \cos^2 v}{r^2} + \frac{\sin^2 v}{r^2} + \left(\frac{dv}{dr} \right)^2 \right] + \\ + \frac{\mu_0 M_s^2}{2} \sin^2 v + K \cos^2 \phi \cos^2 v - \mu_0 M_s h_z \cos \phi \cos v \end{aligned} \quad (7.26)$$

En el modelo dinámico la densidad de energía desimanadora no es nula y su resolución se reduce a un problema electrostático considerando que las cargas se concentran en la superficie del cilindro y la analogía que hay entre el campo eléctrico y magnético. Por otro lado introducimos un pequeño campo AC en la dirección axial, h_z , que va a excitar los dominios circulares del núcleo y nos va a dar la resonancia ferromagnética en la componente axial de la susceptibilidad, χ_{zz} . En principio, resulta bastante más fácil abordar el problema del cálculo de la susceptibilidad axial que el de la susceptibilidad circular, $\chi_{\phi\phi}$, en donde tendríamos que introducir un campo circular no homogéneo y un campo estático axial que nos saturase los dominios del núcleo para poder obtener resonancia.

b) Ecuación dinámica LLG

La aplicación de la ecuación de la dinámica LLG exige previamente del cálculo de los campos efectivos:

$$\begin{aligned} H_v = -\frac{1}{\mu_0 M_s} \frac{\delta \varepsilon_{tot}}{\delta v} = -\frac{1}{\mu_0 M_s} \left[-2A \frac{d^2 v}{dr^2} - 2A \frac{1}{r} \frac{dv}{dr} + 2A \frac{v}{r^2} + \mu_0 M_s^2 v - 2v \varepsilon_{tot}^0 \right] \\ H_\phi = -\frac{1}{\mu_0 M_s} \frac{\delta \varepsilon_{tot}}{\delta \phi} = -\frac{1}{\mu_0 M_s} \left[-2A \frac{d^2 u}{dr^2} - \frac{2A}{r} \frac{du}{dr} + \frac{2A \cos 2\theta}{r^2} u - 2Ku \cos 2\theta + \mu_0 M_s h_z \sin \theta \right] \end{aligned} \quad (7.27)$$

Donde ε_{tot}^0 representa la densidad energía total para el modelo estático y en ausencia de campo axial DC, ecuación (7.16). En el cálculo de H_ϕ y H_v hemos tenido en cuenta que $u, v, h_z \ll 1$, considerando únicamente la aproximación a primer orden y despreciando todos los términos de segundo orden y superiores.

Aplicando la ecuación de LLG obtenemos un sistema de dos ecuaciones acorde con la ecuación (7.28):

$$\frac{dm}{dt} = -\gamma_0 m \times H_{eff} + \alpha m \times \frac{dm}{dt} \Rightarrow \begin{pmatrix} \dot{u} \\ \dot{v} \\ 0 \end{pmatrix} = \gamma_0 \begin{pmatrix} H_v \\ -H_\phi \\ 0 \end{pmatrix} + \alpha \begin{pmatrix} -\dot{v} \\ \dot{u} \\ 0 \end{pmatrix} \quad (7.28)$$

Usando la excitación armónica en las variables dependientes del tiempo,

$$\begin{aligned}
u &= U \ell^{-i\omega t} \\
v &= V \ell^{-i\omega t} \\
h_z &= H_z \ell^{-i\omega t}
\end{aligned} \tag{7.29}$$

las dos ecuaciones anteriores se transforman en:

$$-i\omega U = -\frac{\gamma_0}{\mu_0 M_s} \left[-2A \frac{d^2 V}{dr^2} - 2A \frac{1}{r} \frac{dV}{dr} + \left(\frac{2A}{r^2} - 2\varepsilon_{tot}^0 \right) V + \mu_0 M_s^2 V \right] + i\alpha\omega V \tag{7.30a}$$

$$-i\omega V = \frac{\gamma_0}{\mu_0 M_s} \left[-2A \frac{d^2 U}{dr^2} - \frac{2A}{r} \frac{dU}{dr} + 2 \cos 2\theta \left(\frac{A}{r^2} - K \right) U + \mu_0 M_s H_z \sin \theta \right] - i\alpha\omega U \tag{7.30b}$$

c) Modos de spin

Si nos fijamos en la ecuación (7.30b), podemos reconocer un operador en U muy similar al hamiltoniano de una partícula libre en un pozo de potencial, concretamente la componente radial de la ecuación de Schrodinger en coordenadas cilíndricas. Con lo cual podemos expresar $U = \sum a_n U_n$ como una combinación lineal de autofunciones U_n que verifican:

$$-2A \frac{d^2 U_n}{dr^2} - \frac{2A}{r} \frac{dU_n}{dr} + 2 \cos 2\theta \left(\frac{A}{r^2} - K \right) U_n = \mu_0 M_s^2 \lambda_n U_n \tag{7.31}$$

donde λ_n son los autovalores y el término $2 \cos 2\theta (A/r^2 - K)$ es el potencial cuántico en el caso de nuestro microhilo y viene ilustrado en la figura 7.7. El cálculo de dicho potencial corresponde a un microhilo $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.84}\text{Ni}_{1.44}\text{B}_{11.53}\text{Si}_{14.47}\text{Mo}_{1.66}$ con $R=2.25 \mu\text{m}$ y $H_k=480 \text{ A/m}$. Según nos movemos del centro a la superficie del microhilo, el potencial decrece bruscamente alcanzando el valor mínimo alrededor de $r=\Delta$, después de lo cual el potencial crece convergiendo a 300 J/m^3 en la superficie.

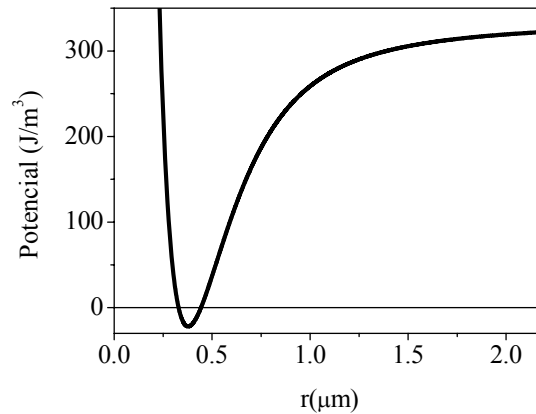


Fig. 7.7.-Dependencia del potencial cuántico en función de la componente radial para un microhilo $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.84}\text{Ni}_{1.44}\text{B}_{11.53}\text{Si}_{14.47}\text{Mo}_{1.66}$ con $R=2.25 \mu\text{m}$ y $H_k=480 \text{ A/m}$.

Las autofunciones U_n deben ser normalizadas acorde con $\langle U_n^2 \rangle = 1$ y deben cumplir la condición de ortogonalidad:

$$\int_0^R U_n U_m r dr = \frac{R^2}{2} \delta_{nm} \quad (7.32)$$

Si en la ecuación (7.30a) realizamos la aproximación de que el término desimanador es mucho más grande que el resto de términos que poseen la constante de canje A , podemos obtener una relación entre V en función de U y proyectarlo sobre la base U_n :

$$V = \frac{i\omega}{\gamma_0 M_s - i\alpha\omega} U \Rightarrow V_n = \frac{i\omega}{\gamma_0 M_s - i\alpha\omega} a_n U_n \quad (7.33)$$

De igual manera el campo excitador puede ser proyectado sobre U_n

$$H_z \sin \theta = \sum_n H_n U_n \quad (7.34)$$

Introduciendo las ecuaciones (7.33) y (7.34) en (7.30a) obtenemos una expresión para a_n ,

$$a_n = \gamma_0 H_n \frac{\gamma_0 M_s - i\alpha\omega}{\omega^2 (1 + \alpha^2) + i\alpha\omega \gamma_0 M_s (1 + \lambda_n) - \gamma_0^2 M_s^2 \lambda_n} \quad (7.35)$$

La condición de resonancia se produce cuando $\text{Re}(a_n) \rightarrow \infty$, lo cual nos da una expresión para la frecuencia de resonancia de los diferentes modos de spin:

$$\omega_n \approx \gamma_0 M_s \sqrt{\lambda_n} \quad (7.36)$$

donde hemos considerado que la constante de amortiguamiento $\alpha \ll 1$ y hemos despreciado los términos de segundo orden.

d) Cálculo susceptibilidad

Definiendo una imanación y un campo magnético de hiperfrecuencia como $\vec{m}_{rf}(r) = M_s \sum a_n U_n(r) (0, 0, -\sin \theta)$ y $(0, 0, H_z) = H_0 (0, 0, 1)$, respectivamente, la susceptibilidad axial queda expresada en términos de la ecuación (7.37):

$$\chi_{zz} = \frac{2 \int m_z r dr}{R^2 H_0} = \frac{2 M_s}{R^2 H_0} \sum a_n \int U_n \sin \theta r dr \quad (7.37)$$

e) Procedimiento numérico

Nuevamente, la ecuación diferencial (7.31) de la cual obtenemos los modos de spin U_n y los autovalores λ_n (y por tanto las frecuencias de resonancias de los diferentes modos ω_n), no puede ser resuelta analíticamente y tenemos que recurrir a los métodos

numéricos por iteración. Al igual que en el modelo estático, hemos usado el método iterativo de Runge-Kutta de segundo orden para resolver la ecuación de Schrodinger,

$$\frac{d^2 U_n}{d\rho^2} = -\frac{1}{\rho} \frac{dU_n}{d\rho} + \left[\cos 2\theta \left(\frac{1}{\rho^2} - 1 \right) - \left(\frac{\Delta}{l_{ex}} \right)^2 \lambda_n \right] U_n \quad (7.38)$$

El programa desarrollado en lenguaje C para el modelo dinámico se divide en 3 partes:

-Cálculo de λ_n (ω_n): Empezando por $\lambda_{\min} = 2V_{\min} / \mu_0 M_s^2$, donde V_{\min} sería el valor mínimo del potencial cuántico (figura 7.7), vamos ensayando un gran número de λ usando un paso $\Delta\lambda$ lo suficientemente pequeño. Los autovalores λ_n de nuestros sistemas serán aquellos que verifiquen la ecuación (7.38) junto con la condición de frontera,

$$\left. \frac{dU_n}{d\rho} \right|_{R/\Delta} = 0 \quad (7.39)$$

-Cálculo de los modos de spin U_n : A continuación procedemos al cálculo de U_n , usando la ecuación (7.38), el valor de λ_n obtenido en el paso anterior y la normalización dada por la ecuación (7.32).

-Cálculo de la susceptibilidad: Por último el cálculo de χ_{zz} se lleva a cabo usando la ecuación (7.37). La respuesta a la susceptibilidad total vendrá determinada por todos los modos de spin U_n . En nuestro programa consideramos los 25 primeros modos de spin, los cuales contribuyen en más de un 99% a la susceptibilidad total. El programa también nos permite descomponer la χ_{zz} en las diferentes respuestas individualizadas de cada modo de spin.

f) Resultados de las simulaciones

Hemos simulado el comportamiento a altas frecuencias de un microhilo $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.84}\text{Ni}_{1.44}\text{B}_{11.53}\text{Si}_{14.47}\text{Mo}_{1.66}$ con $R=2.25 \mu\text{m}$ y $H_K=480 \text{ A/m}$. En la figura 7.8a se muestran los perfiles de U_n para los modos de spin $n=1,2,3,5,7$ y 10. Aunque no lo mostramos aquí, hemos verificado para todas las U_n la condición de ortogonalidad, ecuación (7.32). Por otro lado, la figura 7.8b muestra la respuesta de la susceptibilidad axial obtenida de los 25 primeros modos. Los espectros de susceptibilidad presentan un comportamiento típico de resonancia ferromagnética, donde la parte real de la susceptibilidad, χ' , sufre un fuerte decaimiento entorno a la frecuencia de resonancia, mientras que la parte imaginaria, χ'' , presenta un máximo de amplitud. La frecuencia de resonancia se obtiene para $\chi'=0$ y en nuestro cálculo presenta un valor de 303 MHz.

En la figura 7.9 se observan los espectros de χ_{zz} para los tres primeros modos con una frecuencia de resonancia de 299, 369 y 569 MHz, respectivamente. La amplitud de la susceptibilidad, tanto en la parte real como imaginaria, decrecen bruscamente con el aumento de n . Luego se puede concluir que la susceptibilidad esta controlada mayoritariamente por el modo principal $n=1$.

En la actualidad, hemos iniciado una colaboración con el grupo de Olivier Acher, el cual tiene una gran experiencia investigadora en el estudio de la permeabilidad axial en GCM, con el fin de mejorar el modelo dinámico y ajustar su comportamiento con sus medidas experimentales. Una de las correcciones que vamos a introducir en el futuro es el efecto pelicular, fenómeno que hay que tener muy en cuenta en el análisis a altas

frecuencias. La colaboración también se centrará en la medida experimental de la permeabilidad axial y análisis de la correspondiente imanación dinámica.

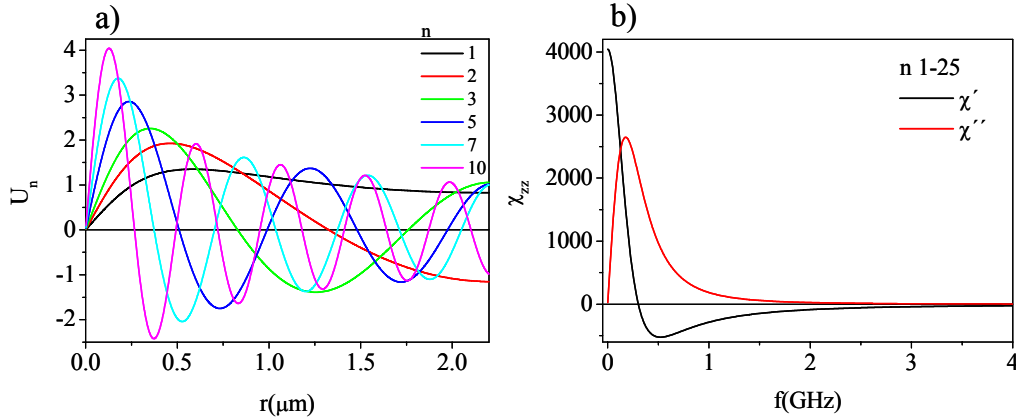


Fig. 7.8.- (a) Modos de spin U_n para $n=1, 2, 3, 5, 7$ y 10 ; y b) espectro de susceptibilidad axial.

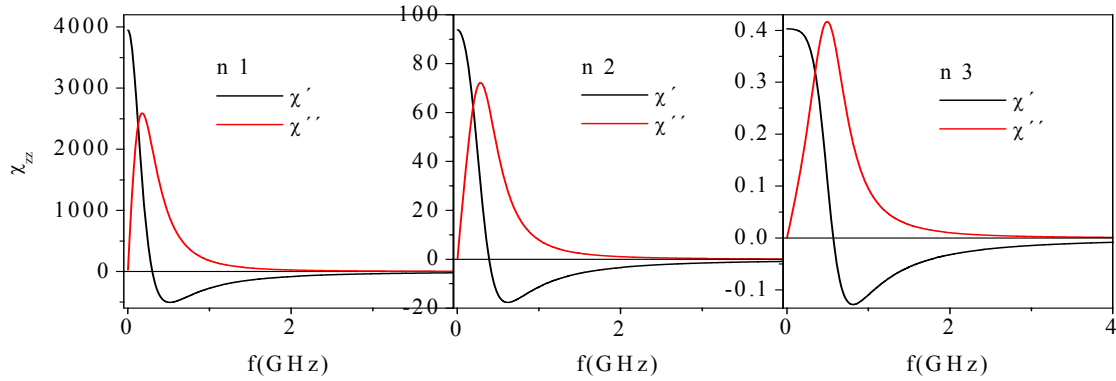


Fig. 7.9.- Espectros de susceptibilidad axial correspondientes a los modos $n=1, 2$ y 3 .

7.3 Extensión del modelo micromagnético a los microhilos multicapas CoFe/CoNi

7.3.1 Acoplamiento magnetoelástico

Las tensiones internas inducidas en el núcleo serían relativamente fáciles de introducir en nuestro sistema sin más que considerar una constante de anisotropía efectiva, K_{eff} . En dicha K_{eff} , el cambio de comportamiento magnético en el núcleo como consecuencia de las tensiones inducidas durante el proceso de electrodeposición se reflejaría en la variación del campo de anisotropía circular (o susceptibilidad) como ya se vio en el capítulo 4 y viene dado por la ecuación (7.40):

$$K_{eff} = K - \Delta K = \frac{\mu_0 M_s (H_k - \Delta H_k)}{2} \quad (7.40)$$

donde ΔH_k representa la reducción del campo de anisotropía en función del espesor de CoNi, exhaustivamente analizado en el apartado 4.2.

Otra situación similar, sería el acoplamiento magnetoelástico inducido por tensiones termoelásticas debido a cambios de temperatura. En este caso consideraríamos una K_{eff} , teniendo en cuenta además en nuestros cálculos que otros parámetros intrínsecos dependen de la temperatura como las constantes M_s , A y λ_s .

7.3.2 Acoplamiento magnetostático: cálculo del campo bias [ESC2007,ESC2009]

Consideramos un tubo magnético bifásico formado por dos tubos magnéticos concéntricos de longitud L y separados por un espaciador aislante tal como ilustra la figura 7.10a. Según la nomenclatura usada en la figura, el tubo interno (externo) tiene un radio interno a_i (a_e) y externo R_i (R_e), el espesor de la capa intermedia aislante $t_s=a_e-R_i$ y el espesor de la capa externa magnética como $t_e=R_e-a_e$. Las posibles configuraciones magnéticas del sistema bifásico están representadas en la figura 7.10b y pueden ser identificadas por dos índices $[c_i, c_e]$, donde $c_i, c_e = 1, 3$ denotan imanación axial y circular respectivamente.

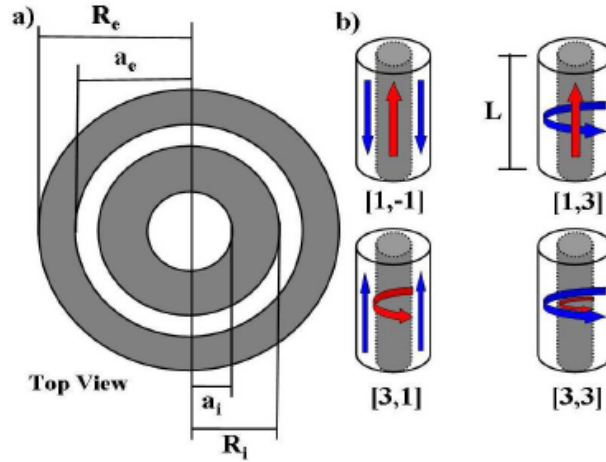


Fig. 7.10.- (a) Parámetros geométricos y (b) posibles configuraciones magnéticas de los microtubos bifásicos.

La energía total del sistema es descrita por la autoenergía de cada capa, E_{self} , y la energía de interacción magnetostática entre las fases magnéticas, E_{int} :

$$E_{tot}^{[c_i, c_e]} = E_{self}^{[c_i]} + E_{self}^{[c_e]} + E_{int}^{[c_i, c_e]} \quad (7.41)$$

donde la autoenergía de cada capa ($p=i, e$) incluye el termino desimanador y el de canje según la ecuación (7.42):

$$E_{self}^{[c_p]} = E_{ex}^{[c_p]} + E_{dem}^{[c_p]} \quad (7.42)$$

a) Configuraciones magnéticas

Para $c=1$, configuración magnética axial, la distribución espacial de la imanación toma la forma $M_p(r) = M_s \hat{z}$, donde \hat{z} es el vector unitario paralelo al eje axial del microhilo. Asumiendo que en esta configuración los tubos están uniformemente

imanados, la energía de canje se puede aproximar a cero. Finalmente la autoenergía está dada únicamente por la contribución desimanadora (detalles del cálculo en el apéndice E de [ESC2007]).

$$E_{self}^{[1]}(p) = \pi\mu_0 M_p^2 R_p^2 \int_0^\infty (1 - \ell^{-kL}) \left(J_1(kR_p) - \beta_p J_1(ka_p) \right)^2 \frac{dk}{k^2} \quad (7.43)$$

donde $\beta_p = a_p/R_p$, J_1 es la función de Bessel de primera especie y k es el vector de onda. Una expresión análoga para este término fue calculada previamente por Beleggia [BELE2006].

Para $c=3$, configuración magnética circular, la distribución espacial de la imanación toma la forma $M_p(r) = M_s \hat{\phi}$, donde $\hat{\phi}$ es el vector unitario en la dirección azimutal del microhilo. En este caso la contribución desimanadora de la autoenergía es nula (detalles del cálculo en el apéndice G de [ESC2007]).

$$E_{self}^{[3]}(p) = -2A_p \pi L \ln \beta_p \quad (7.44)$$

b) Energía de interacción magnetostática

La energía de interacción únicamente será distinto de cero cuando ambas capas magnéticas presentan la configuración axial, $c=1$; ya que la configuración circular, $c=3$, presenta la condición de flujo magnético perfectamente cerrado y las capas no interactúan entre sí. Así, en el caso de la configuración axial obtendremos una energía de interacción dada por la ecuación (7.45) (detalles del cálculo en el apéndice I de [ESC2007]):

$$E_{int}^{[1,-1]} = -2\pi\mu_0 M_i M_e R_i R_e \int_0^\infty (1 - \ell^{-kL}) \left(J_1(kR_i) - \beta_i J_1(ka_i) \right) \left(J_1(kR_e) - \beta_e J_1(ka_e) \right) \frac{dk}{k^2} \quad (7.45)$$

El signo menos en el superíndice de la energía de interacción indica que las imanaciones de la capa externa y núcleo son antiparalelas. La energía total de esta configuración magnética es siempre menor que la configuración con las imanaciones paralelas [1,1].

c) Diagramas de fase

Usando las ecuaciones de la energía total presentadas en el apartado anterior, estamos en posición de investigar la estabilidad relativa de las diferentes configuraciones $[c_i, c_e]$ en función de las dimensiones de las diferentes capas. Las figuras 7.11 muestran el diagrama de fases para microtubos bifásicos teniendo en cuenta el cociente d_i/d_e ($d_i = R_i - a_i$; $d_e = t_e$) en función del radio total R_e para una longitud constante del microtubo de 1 cm. Es preciso subrayar que las líneas de transición son prácticamente independientes del material magnético. En la figura 7.11a se calcula el diagrama de fase para tres valores diferentes de espesor de capa intermedia t_s , mientras que en la figura 7.11b para tres valores diferentes de radio interno a_i . Podemos observar que en el rango de R_e analizados solo dos configuraciones son estables: para valores de $d_i/d_e > 0.5$, la configuración estable es [1,-1]; mientras que para $d_i/d_e < 0.5$ la configuración estable sería [3,3]. La fase [1,3] prácticamente desaparece para R_e mayor a 1 μm .

Los microhilos multicapas analizados en esta tesis se corresponderían con el límite $a_i \rightarrow 0$ y presentan un cociente $d_i/d_e > 0.5$, por lo tanto a partir de ahora nos vamos a centrar en la configuración [1,-1] para el cálculo teórico del campo bias. Esta configuración es válida para grandes espesores de t_{CoNi} , donde la alta intensidad del campo bias satura axialmente el núcleo. Sin embargo para pequeños valores de t_{CoNi} dicha configuración no describe completamente el estado del núcleo, el cual se encuentra parcialmente saturado.

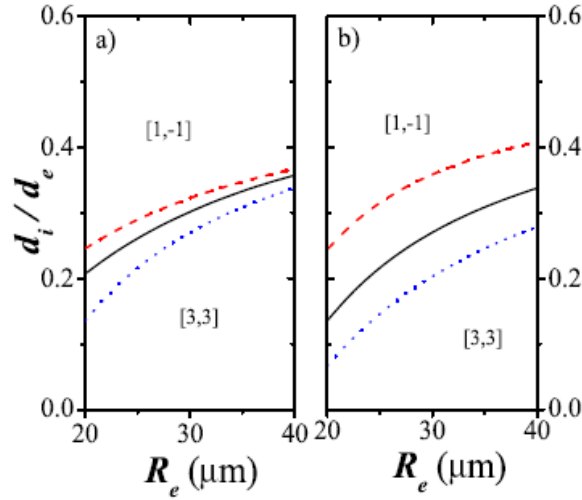


Fig. 7.11.- (a) Diagramas de fase para microtubos bifásicos con a) $a_i = 5 \mu m$, $L = 1 \text{ cm}$ y $t_s = 1 \mu m$ (---), $5 \mu m$ (—) y $10 \mu m$ (....); y (b) $t_s = 5 \mu m$, $L = 1 \text{ cm}$ y $a_i = 3 \mu m$ (---), $5 \mu m$ (—) y $7 \mu m$ (....).

d) Campo bias: desplazamiento M-H [ESC2009]

El cálculo teórico del campo bias inducido por la capa externa dura sobre el núcleo blando se obtiene restando al campo del núcleo aislado (sin la capa externa de CoNi) el campo total obtenido por el sistema sistema bifásico:

$$H_b = H_{ci} - H_{ci}^{ce} = \frac{E_{int}^{[1,-1]}}{\mu_0 M_i V} \quad (7.46)$$

donde $V = \pi R_e^2 L$ es el volumen del sistema bifásico y M_i es la imanación de saturación del núcleo.

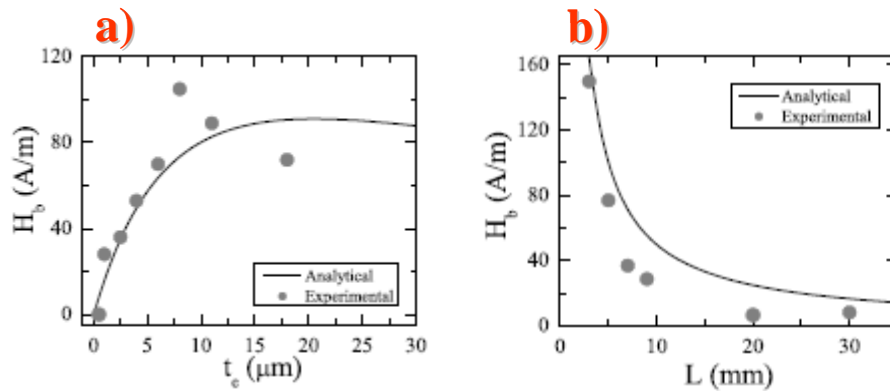


Fig. 7.12.-Dependencia del campo bias con (a) t_{CoNi} (con $L = 6 \text{ mm}$) y (b) L ($t_{CoNi} = 11 \mu m$) para microhilos multicapas CoFe/CoNi: modelo analítico (línea) y experimental (puntos).

En la figura 7.12 se muestra la evolución del campo bias en función del espesor (a) y longitud (b) de la fase dura, calculada teóricamente usando las ecuaciones (7.45) y (7.46) comparando con los resultados experimentales para un microhilo multicapa CoFe/CoNi con las siguientes dimensiones: $R_i = 8.5 \mu\text{m}$, $t_s = t_g = 12.1 \mu\text{m}$, $L = l_{\text{CoNi}} = l_{\text{CoFe}} = 6 \text{ mm}$ (figura 7.12a) y $t_e = t_{\text{CoNi}} = 11 \mu\text{m}$ (figura 7.12b). El modelo teórico predice por un lado un aumento de H_b con t_{CoNi} estabilizándose a altos espesores, y por otro un rápido decrecimiento de H_b con L . Se puede observar el buen ajuste entre el modelo teórico y experimental, tanto en valor como en dependencia especialmente en el rango de bajos valores de t_{CoNi} .

El estudio analítico presentado en la figura 7.12 puede ser extendido a otros parámetros de la geometría del microhilo bifásico como el espesor de la capa vidrio, t_s , y el radio del núcleo R_i . En la figura 7.13 se ilustra el estudio analítico del campo bias en función de t_e para diferentes valores de R_i ($t_s = 10 \mu\text{m}$, $L = 1 \text{ cm}$), L ($t_s = R_i = 10 \mu\text{m}$) y t_s ($R_i = 10 \mu\text{m}$, $L = 1 \text{ cm}$). Para los diferentes resultados, H_b aumenta progresivamente con t_e hasta un cierto valor crítico $t_{e,\text{crit}}$, donde se estabiliza o experimenta un ligero decrecimiento, según el valor de los diferentes parámetros geométricos:

-El aumento de R_i provoca un aumento de H_b y de $t_{e,\text{crit}}$, lo cual es coherente con el hecho de que el aumento de R_i produce un aumento del radio interno del microtubo externo, lo cual produce que su campo bias aumenta su intensidad. Además, al aumentar el espesor del núcleo necesitas mayor espesor de la fase dura para alcanzar el punto máximo de H_b . En el rango de grandes espesores de t_e , el H_b decrece ligeramente.

-Como era de esperar, H_b crece rápidamente con la reducción de L . El valor de $t_{e,\text{crit}}$ se mantiene constante y el decrecimiento de H_b es más pronunciado a menores L .

-Por último, el aumento de t_s produce una reducción del H_b y un aumento $t_{e,\text{crit}}$, lo cual es coherente ya que las dos fases magnéticas se encuentran más alejadas y la interacción es más débil. Además, según va aumentando t_s , el descenso de H_b a grandes espesores de fase dura va siendo menos pronunciado, estabilizándose a $50 \mu\text{m}$.

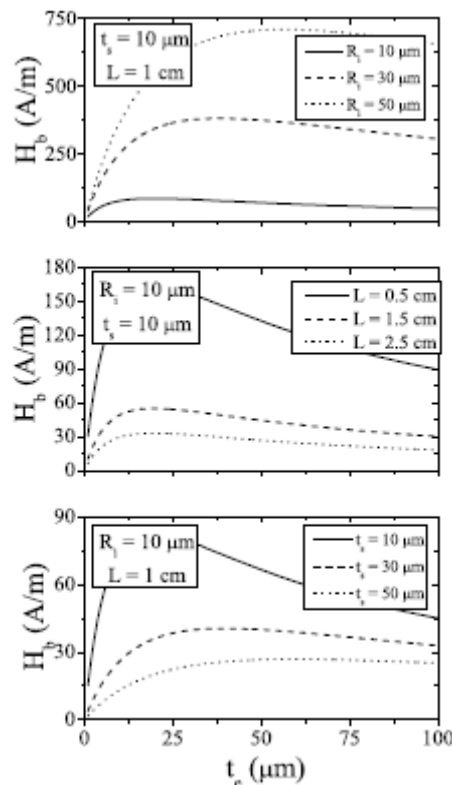


Fig. 7.13.-Campo bias en función de t_e para diferentes valores de R_i , L y t_s .

Capítulo 8

Conclusiones

La presente tesis se ha centrado en el estudio del acoplamiento magnetostático y magnetoelástico en microsistemas bifásicos. Las principales conclusiones extraídas de los resultados se enumeran a continuación:

a) Fabricación

- 1) Combinando técnicas de solidificación ultrarrápida, sputtering y electrodeposición hemos preparado cinco sistemas bifásicos:
 - Cintas tricapas CoNi/CoFe/CoNi, hilos bicapas CoFe/CoNi, microhilos multicapas CoFe/CoNi y microhilos multicapas Fe/CoNi, los cuales están caracterizados por un núcleo amorfo blando y una capa externa dura con estructura cristalina.
 - Microhilos multicapas FePt/FeNi que presentan una configuración magnética opuesta: núcleo duro y capa externa blanda, ambas fases con estructura cristalina.

b) Acoplamientos magnéticos

- 1) El comportamiento magnético de estos materiales está controlado por dos tipos de acoplamientos magnéticos con diferente carácter: i) Magnetoelástico (solo apreciable en sistemas con capa intermedia de vidrio, microhilos multicapas), cuyo origen radica en las tensiones internas generadas durante el proceso de electrodeposición y por cambios de temperatura; ii) Magnetostático, como consecuencia del campo polarizador generado por las cargas descompensadas de la fase dura cuando ésta se encuentra preimanada.
- 2) Las tensiones internas producidas en el núcleo durante la electrodeposición (solo apreciables en microhilos multicapas CoFe/CoNi y Fe/CoNi) aumentan con el espesor de la capa externa de CoNi. Así, la presencia de la fase dura induce tensiones axiales o transversales, dependiendo si el valor de la magnetostricción del núcleo es negativa o positiva, respectivamente.
- 3) Las tensiones termoelásticas tienen su origen en los diferentes coeficientes de expansión térmica de cada una de las capas, principalmente entre el núcleo o la cubierta externa metálica (12 ppm) y la capa intermedia de vidrio (3 ppm):
 - En los microhilos multicapas CoFe/CoNi, el aumento de temperatura induce una anisotropía axial en el núcleo, mientras que la capa externa experimenta una reducción en su coercitividad.
 - En los microhilos multicapas Fe/CoNi, el aumento de temperatura induce una anisotropía radial en el núcleo cuando el espesor de la fase dura es menor de 2 μm y axial cuando el espesor es mayor de 2 μm . Entorno a este valor de espesor se produce un cambio de estructura magnética en el núcleo que consiste en la

- desaparición de los dominios radiales y formación de nuevos dominios circulares.
- En los microhilos FePt/FeNi, la disminución de la temperatura produce un endurecimiento de la fase $L1_0$ del FePt, mientras que la capa externa de FeNi experimenta una reducción de la coercitividad favoreciéndose el mecanismo de inversión por rotación, en contraste con el de propagación de paredes cuyo volumen va reduciéndose.
- 4) El campo magnetostático polarizador:
- Desplaza la imanación de la fase blanda a campos positivos cuando la fase dura está preimánada positivamente y viceversa.
 - Su intensidad depende de las dimensiones de la fase dura, aumentando con su espesor y disminuyendo con la reducción de la longitud.
 - Es inhomogeneo y produce la existencia de dos regiones de imanación en el núcleo: una región interna con alta susceptibilidad donde el campo magnetostático es débil y una región externa, próxima a las cargas descompensadas de la fase dura, donde dicho campo es más fuerte. En el estudio de los perfiles de imanación en las cintas, se ha detectado una tercera región de imanación en el núcleo con muy baja susceptibilidad situada justamente en las cargas descompensadas donde las componentes no axiales del campo bias son muy fuertes.
- 5) Las dimensiones de las capas magnéticas desempeñan un papel fundamental en el acoplamiento magnetostático, gobernando la inversión de la imanación en las diferentes regiones del núcleo:
- La longitud de la fase blanda controla la inversión de la región con alta susceptibilidad. En el caso de los sistemas con vidrio, el acoplamiento magnetoelástico también influye en el comportamiento de esta región.
 - La longitud de la fase dura controla la inversión de la imanación de la región con baja susceptibilidad.
 - El espesor de la fase dura determina el volumen magnético de las diferentes regiones: su aumento produce un incremento del volumen de la región con baja susceptibilidad.

c) Altas frecuencias: GMI & FMR

- 1) El estudio de los acoplamientos magnéticos se ha extendido al rango de las altas frecuencias (microondas), donde hemos analizado el comportamiento de la magnetoimpedancia gigante y la resonancia ferromagnética de los microhilos multicapas CoFe/CoNi y Fe/CoNi. En este rango de frecuencias el efecto pelicular así como los efectos dinámicos de la imanación gobiernan el comportamiento de la impedancia.
- 2) Las tensiones internas inducidas por la capa externa producen un cambio de comportamiento de MI en el núcleo de doble pico (anisotropía circular) a pico simple (anisotropía axial) en la familia CoFe/CoNi y viceversa para Fe/CoNi. Este resultado está en total coherencia con las medidas estáticas.
- 3) Los resultados analizados del desplazamiento de la curva de MI de la fase blanda introducido por el campo bias polarizador de la fase dura, así como su

comportamiento asimétrico están en buen acuerdo con las medidas de los ciclos de histéresis.

- 4) El espectro de FMR presenta dos picos de absorción electromagnética: uno a frecuencias altas correspondiente a la excitación del núcleo de CoFe o Fe, y otro a bajas frecuencias correspondiente a la capa externa de CoNi. Para algunos espesores de capa externa, los microhilos multicapas Fe/CoNi presentan un tercer pico de absorción electromagnética, el cual se ha demostrado que pertenece al núcleo y más concretamente a una región con imanación transversal.

d) Aplicaciones tecnológicas

- 1) Aprovechando las excelentes propiedades magnéticas de los microhilos multicapas hemos desarrollado un sensor multifuncional basado en dos principios de funcionamiento:
 - Método modificado de la rotación de la imanación a ángulos pequeños, MSAMR: sensor de temperatura y tensión mecánica. Este sensor presenta un gran potencial en el campo de la biomedicina, concretamente en la monitorización de la actividad fisiológica.
 - Magnetoimpedancia asimétrica: sensor magnético y de movimiento.
- 2) Las exclusivas propiedades absorbentes con dos picos de FMR, en el rango de las microondas, ofrece un gran interés tecnológico en el diseño de sistemas antirradar y nuevos metamateriales usando los microhilos multicapas bifásicos.

e) Modelo teórico micromagnético

- 1) Finalmente se ha desarrollado un modelo micromagnético en microhilos CoFe recubiertos de vidrio que consta de dos partes:
 - Estático, cálculo de los ciclos de histéresis. Los cálculos teóricos están en buen acuerdo con los ciclos experimentales.
 - Dinámico, cálculo de la susceptibilidad axial en función de la frecuencia. En esta parte no hemos tenido en cuenta el efecto pelicular. La introducción de dicha corrección en el modelo dinámico se propone como uno de los futuros trabajos junto con el estudio experimental de la componente axial del espectro de susceptibilidad
- 2) El modelo micromagnético ha sido extendido a los microhilos multicapas CoFe/CoNi:
 - El acoplamiento magnetoelástico es introducido considerando una constante magnetoelástica efectiva.
 - El cálculo teórico del campo bias se ha llevado a cabo usando el modelo teórico propuesto por el Dr. Juan Escrig (Universidad de Santiago de Chile). Los valores teóricos obtenidos en esta sección presentan un buen acuerdo con los valores experimentales extraídos de los ciclos de histéresis.

Apéndice I

Líneas de transmisión

La figura A.1 ilustra el típico esquema del cuadripolo mostrando las ondas incidentes (a_1 y a_2) y reflejadas (b_1 y b_2) y sus respectivos coeficientes S, cuya dependencia se observa en la ecuación (A.1)

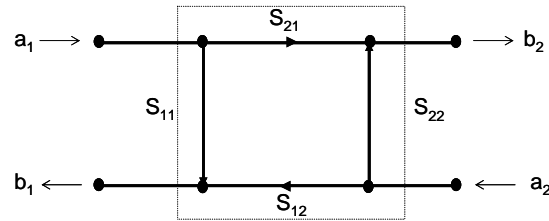


Fig. A.1.- Diagrama de medida de los parámetros S sobre un cuadripolo y relación con ondas incidentes y reflejadas.

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \quad (\text{A.1})$$

a) Línea coaxial

En este tipo de líneas la onda electromagnética se propaga en modo TEM (Transversal Electromagnetic mode), figura A.2:

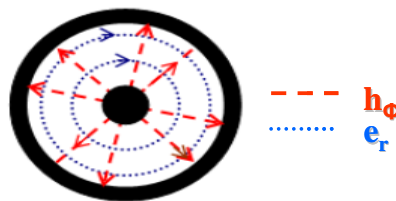


Fig. A.2.- Líneas de campo eléctrico y magnético correspondiente a una onda electromagnética propagándose en modo TEM por una línea coaxial.

donde el campo magnético circular, h_ϕ , y el campo eléctrico radial, e_r , son perpendiculares entre sí y a la dirección de propagación (\hat{z}) y vienen dados por las ecuación (A.2) y (A.3):

$$h_\phi = V_0 \frac{\ell^{-i\beta z}}{\eta r \ln \frac{D}{d}} \quad (\text{A.2})$$

$$e_r = V_0 \frac{\ell^{-i\beta z}}{r \ln \frac{D}{d}} \quad (\text{A.3})$$

siendo V_0 es la intensidad de la onda electromagnética proporcionada por el analizador de redes, β es la constante de fase, η es la impedancia de onda, d es el diámetro externo del conductor interno y D es el diámetro interno del conductor externo.

La capacitancia e inductancia de la línea coaxial vienen determinadas en las expresiones (A.4) y (A.5), respectivamente:

$$C = \frac{2\pi\epsilon_0\epsilon_r}{\ln \frac{D}{d}} \quad (\text{A.4})$$

$$L_{ext} = \frac{\mu_0\mu_r}{2\pi} \ln \frac{D}{d} \quad (\text{A.5})$$

Siendo μ_r y ϵ_r la permeabilidad y permitividad del dieléctrico Finalmente, en una línea de transmisión convencional las perdidas son despreciables, $R=G \sim 0$, luego la impedancia característica se puede aproximar a:

$$Z_c = \sqrt{\frac{L_{ext}}{C}} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\mu_0\mu_r}{\epsilon_0\epsilon_r}} \ln \frac{D}{d} \quad (\text{A.6})$$

b) Línea microstrip

En este tipo de líneas, la onda se propaga en un medio inhomogeneo, en aire y fibra de vidrio, generando una pequeña componente longitudinal tanto en el campo eléctrico como magnético. Por lo tanto en este caso el modo híbrdo se denomina cuasi-TEM.

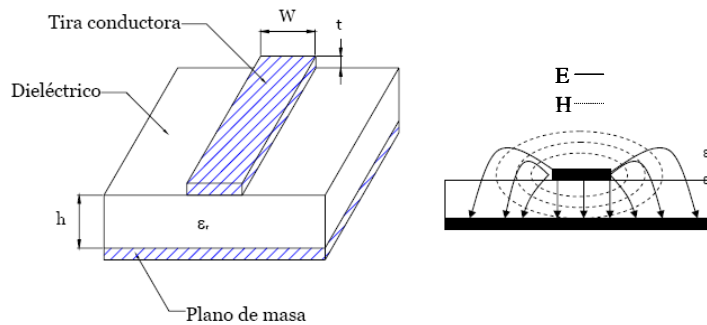


Fig. A.3.-Esquema de la línea microstrip y distribución de líneas de campo eléctrico y magnético generado por la onda propagándose en modo cuasi-TEM.

La permitividad efectiva para la línea microstrip ϵ_{eff} , que cumple $1 < \epsilon_{eff} < \epsilon_r$, con $W/h > 1$ y la correspondiente impedancia característica vienen determinados por las ecuaciones (A.7) y (A.8), respectivamente:

$$\varepsilon_{eff} = \frac{\varepsilon_r + 1}{2} + \frac{\varepsilon_r - 1}{2} - \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{12h}{W}}} \quad (\text{A.7})$$

$$Z_c = \frac{120\pi}{\sqrt{\varepsilon_{eff}} \left[\frac{W}{h} + 1.393 + \frac{2}{3} \ln \left(\frac{W}{h} + 1.44 \right) \right]} \quad (\text{A.8})$$

El cálculo de la inductancia y de la capacitancia de la línea se obtiene combinando las ecuaciones de (A.8) y (A.9):

$$Z_c = \sqrt{\frac{L_{ext}}{C}} = \frac{\sqrt{\mu_0 \varepsilon_{eff} \varepsilon_0}}{C} \quad (\text{A.9})$$

Apéndice II

Modelo estático micromagnético

a) Densidad de energía de canje

La imanación del modelo estático viene definida por la ecuación (A.10):

$$m = -\frac{y}{r} \sin \theta \hat{x} + \frac{x}{r} \sin \theta \hat{y} + \cos \theta \hat{z} \quad (\text{A.10})$$

Las componentes de la divergencia para cada una de las tres componentes espaciales de la imanación se detallan en las ecuaciones (A.11):

$$\begin{aligned} \frac{dm_x}{dx} &= -\frac{dm_y}{dy} = -\frac{xy}{r^2} \cos \theta \frac{d\theta}{dr} + \frac{xy}{r^3} \sin \theta \\ \frac{dm_x}{dy} &= -\frac{1}{r^2} \left(x^2 \frac{\sin \theta}{r} + y^2 \cos \theta \frac{d\theta}{dr} \right) \\ \frac{dm_y}{dx} &= \frac{1}{r^2} \left(y^2 \frac{\sin \theta}{r} + x^2 \cos \theta \frac{d\theta}{dr} \right) \\ \frac{dm_z}{dx} &= -\sin \theta \frac{d\theta}{dr} \frac{x}{r}; \quad \frac{dm_z}{dy} = -\sin \theta \frac{d\theta}{dr} \frac{y}{r} \\ \frac{dm_x}{dz} &= \frac{dm_y}{dz} = \frac{dm_z}{dz} = 0 \end{aligned} \quad (\text{A.11})$$

Finalmente, la densidad de la energía de canje toma la expresión:

$$\varepsilon_{ex} = A \left[(\nabla m_x)^2 + (\nabla m_y)^2 + (\nabla m_z)^2 \right] = A \left[\frac{\sin^2 \theta}{r^2} + \left(\frac{\partial \theta}{\partial r} \right)^2 \right] \quad (\text{A.12})$$

b) Método numérico de Runge –Kutta (segundo orden)

Los métodos iterativos de Runge-Kutta son comúnmente usados para la aproximación de soluciones de ecuaciones diferenciales ordinarias. En el caso específico del método de segundo orden, el cálculo de cada punto se realiza teniendo en cuenta su valor previo y la respectiva derivada en el punto medio del intervalo. Podemos tomar como ejemplo la ecuación diferencial:

$$\frac{d^2 \theta}{d\rho^2} = -\frac{1}{\rho} \frac{d\theta}{d\rho} + \left(\frac{1}{\rho^2} - 1 \right) \cos \theta \sin \theta \quad (\text{A.13})$$

Donde tenemos dos variables (θ, θ') tal que:

$$\begin{aligned}\frac{d\theta}{d\rho} &= \theta' \\ \frac{d\theta'}{d\rho} &= -\frac{\theta'}{\rho} + \left(\frac{1}{\rho^2} - 1 \right) \sin \theta \cos \theta\end{aligned}\tag{A.14}$$

Así, el cálculo iterativo de θ y θ' a partir de su valor previo, para un paso iterativo $d\rho$, viene dado por:

$$\begin{aligned}\theta(\rho + d\rho) &= \theta(\rho) + d\rho\theta'(\rho + d\rho/2) \\ \theta'(\rho + d\rho) &= \theta'(\rho) + d\rho\theta''(\rho + d\rho/2) = \\ &= \theta'(\rho) + d\rho \left\{ \sin \theta(\rho + d\rho/2) \cos \theta(\rho + d\rho/2) \left[\frac{1}{\left(\rho + \frac{d\rho}{2} \right)^2} - 1 \right] - \frac{\theta'(\rho + d\rho/2)}{\rho + \frac{d\rho}{2}} \right\}\end{aligned}\tag{A.15}$$

donde θ y θ' evaluada en el punto medio del intervalo son:

$$\begin{aligned}\theta(\rho + d\rho/2) &= \theta(\rho) + \frac{d\rho}{2} \theta'(\rho) \\ \theta'(\rho + d\rho/2) &= \theta'(\rho) + \frac{d\rho}{2} \theta''(\rho) = \theta'(\rho) + \frac{d\rho}{2} \left\{ \sin \theta(\rho) \cos \theta(\rho) \left[\frac{1}{\rho^2} - 1 \right] - \frac{\theta'(\rho)}{\rho} \right\}\end{aligned}\tag{A.16}$$

Se ha seguido el mismo procedimiento numérico para el cálculo de la energía y también para los modos de spin y cálculo de la susceptibilidad en el modelo dinámico.

Apéndice III

Modelo dinámico micromagnético

a) Densidad de energía de canje

La imanación del modelo dinámico viene definido según la ecuación:

$$m = \left(-\frac{y}{r} \sin \phi + \frac{x}{r} \sin v \right) \hat{x} + \left(\frac{x}{r} \sin \phi + \frac{y}{r} \sin v \right) \hat{y} + (\cos \phi \cos v) \hat{z} \quad (\text{A.17})$$

Las diferentes componentes de la divergencia se detallan en las ecuaciones (A.18)

$$\begin{aligned} \frac{dm_x}{dx} &= -\frac{xy}{r^2} \cos \phi \cos v \frac{d\phi}{dr} + \frac{xy}{r^3} \sin \phi \cos v + \frac{y^2}{r^3} \sin v + \frac{x}{r^2} (y \sin \phi \sin v + x \cos v) \frac{dv}{dr} \\ \frac{dm_y}{dy} &= \frac{xy}{r^2} \cos \phi \cos v \frac{d\phi}{dr} - \frac{xy}{r^3} \sin \phi \cos v + \frac{x^2}{r^3} \sin v + \frac{y}{r^2} (-x \sin \phi \sin v + y \cos v) \frac{dv}{dr} \\ \frac{dm_x}{dy} &= -\frac{y^2}{r^2} \cos \phi \cos v \frac{d\phi}{dr} - \frac{x^2}{r^3} \sin \phi \cos v - \frac{xy}{r^3} \sin v + \frac{y}{r^2} (y \sin \phi \sin v + x \cos v) \frac{dv}{dr} \\ \frac{dm_y}{dx} &= -\frac{x^2}{r^2} \cos \phi \cos v \frac{d\phi}{dr} - \frac{y^2}{r^3} \sin \phi \cos v - \frac{xy}{r^3} \sin v + \frac{x}{r^2} (-x \sin \phi \sin v + y \cos v) \frac{dv}{dr} \\ \frac{dm_z}{dx} &= -\frac{x}{r} \sin \phi \cos v \frac{d\phi}{dr} - \frac{x}{r} \cos \phi \sin v \frac{dv}{dr}; \quad \frac{dm_z}{dy} = -\frac{y}{r} \sin \phi \cos v \frac{d\phi}{dr} - \frac{y}{r} \cos \phi \sin v \frac{dv}{dr} \\ \frac{dm_x}{dz} &= \frac{dm_y}{dz} = \frac{dm_z}{dz} = 0; \end{aligned} \quad (\text{A.18})$$

Finalmente la densidad de energía de canje es:

$$\varepsilon_{ex} = A[(\nabla m_x)^2 + (\nabla m_y)^2 + (\nabla m_z)^2] = A \left[\cos^2 v \left(\frac{d\phi}{dr} \right)^2 + \frac{\sin^2 \phi \cos^2 v}{r^2} + \frac{\sin^2 v}{r^2} + \left(\frac{dv}{dr} \right)^2 \right] \quad (\text{A.19})$$

b) Densidad de energía desimanadora:

El cálculo de la densidad de energía desimanadora se reduce a un problema electrostático donde las cargas se concentran en la superficie del microhilo. Aplicando el teorema de Gauss para el campo eléctrico E:

$$\int E ds = \frac{Q}{\varepsilon_0} \quad (\text{A.20})$$

donde Q es la carga total encerrada; y teniendo en cuenta la analogía entre el campo eléctrico E y magnético H obtenemos una relación entre la distribución de carga ρ y la imanación:

$$\frac{\rho}{\varepsilon_0} = -\nabla m = -\left(\cos v \frac{dv}{dr} + \frac{\sin v}{r} \right) \quad (\text{A.21})$$

y la carga Q puede ser expresada en términos de v :

$$Q = -\varepsilon_0 \int_0^R \left(\cos v \frac{dv}{dr} + \frac{\sin v}{r} \right) 2\pi r dr = -2\pi \varepsilon_0 R \sin v \quad (\text{A.22})$$

Combinando la ecuación (A.20) y (A.22) obtenemos el campo eléctrico y la densidad de energía desimanadora:

$$E = -\sin v \Rightarrow E_{dem} = \frac{\mu_0 M_s^2}{2} \sin^2 v \quad (\text{A.23})$$

Bibliografía

- [ACH1994] O. Acher, P. M. Jacquart, J. M. Fontaine, P. Baclet and G. Perrin; IEEE on Trans. Magn., 30 (6) (1994) 4533.
- [ACH2003] O. Acher, S. Queste, M. Ledieu, K. Barhold and R. Mattheis; Phys. Rev. B, 18 (2003) 184414.
- [AGI2004] Agilent Technologies; De-embedding and embedding S-parameter networks using a vector network analyzer, nota de aplicación 1364-1 (2004).
- [AHA1996] A. Aharoni; *Introduction to the Theory of Ferromagnetism*, Oxford University Press (1996)
- [ALB2003] J. M. Albella; *Láminas Delgadas y Recubrimientos: preparación, propiedades y aplicaciones*. Ed. CSIC, Madrid (2003).
- [ANA1987] T. R. Anantharaman and K. Suryanarayana; *Rapidly Solidified Metals*, A technological Overview. Trans. Tech. Publication-Switzerland (1987) 101.
- [ANAME] <http://www.aname.es/modules/polaronsc7620/>
- [ARC1996] J. Arcas, C. Gómez-Polo, A. Zhukov, M. Vázquez, V. Larin and A. Hernando; Nanostructured Mater. 7 (1996) 823.
- [ARA1998] P. Aragonese, J. M. Blanco, L. Domínguez, J. González, A. Zhukov, M. Vázquez; J. Phys D: Appl. Phys. 31 (1998) 3040.
- [BAI1988] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Eitenne, G. Creuzet, A. Friederich and J. Chazelas; Phys. Rev. Lett. 61 (1988) 2472.
- [BARA1989] S. A. Baranov, V. N. Berzhanskii, S. K. Zotov, V. S. Larin and A. V. Torkunov; Fiz. Met. Metalloved. 67 (1989) 73
- [BARA1998A] S.A. Baranov; Tech. Phys. Lett., 43 (1998) 122.
- [BARA1998B] S. A. Baranov; Tech. Phys. Lett., 24 (1998), 549.
- [BARA2003] S.A. Baranov; J. Communications, Technology and Electronics, 48 (2003) 226.
- [BARL1999] A. Barlevy and Y. Rahmat-Samii; Microwave Opt. Tech. Lett. 21 (1999), 114.
- [BEA1994] R. S. Beach and A. E. Berkowitz. Appl. Phys. Lett. 64 (1994) 3652
- [BELO2002] D. P. Belozorov, V. N. Derkach and S. I. Tarapov, Adv. Modern Radio Science, 12 (2002) 48.
- [BELE2006] M. Beleggia, J. W. Lau, M. A. Schofield, Y. Zhu, S. Tandon and M. De Graef; J. Magn. Magn. Mater. 301 (2006) 131.
- [BLO1994] P. J. Bloemen, M. T. Johnson, M. T. H. van de Vorst, R. Coehoorn, J. J. de Vries, R. Jungblut, J. van de Stegge, A. Reinders and W. J. M. de Jonge; Phys. Rev. Lett. 72 (1994) 764.
- [BRI2000A] M. R. Britel, D. Menard, L. G. Melo, P. Ciureanu, A. Yelon, R. W. Cochrane, M. Rouahbi, B. Cornut; Appl. Phys. Lett. 77 (2000) 2737.
- [BRI2000B] Mohammed Reda Brittel ; *L'étude expérimentale de la magnétoimpédance géante des fils ferromagnétiques doux en micro-ondas*, tesis doctoral canadiense (2000).

- [**BRO1963**] W. F. Brown Jr; *Micromagnetics*, Interscience Publishers (1963)
- [**CHE2006**] D. X. Chen, E. Pardo and A. Sánchez; *J. Magn. Magn. Mater.* 306 (2006) 135.
- [**CHIK1997**] S. Chikazumi; *Physics of ferromagnetism*, 2^a ed. Nueva York: Oxford University Press, cap. 20, (1997) pp. 562-567
- [**CHIR1994**] H. Chiriac, G. Pop, F. Barariu and M. Vázquez; *J. Appl. Phys.* 75 (1994) 6949.
- [**CHIR1997A**] H. Chiriac H and T. A. Ovari. *Prog. Mater. Sci.* 40 (1997) 333.
- [**CHIR1997B**] H. Chiriac, T. A. Ovari, G. Pop and F. Barariu, *J. Appl. Phys.* 81 (1997)1
- [**CHIR2006**] H. Chiriac, V. Coian and S. Corodeanu. *IEEE Trans. Magn.* 42 (10) (2006) 3359.
- [**CHIZ2004**] A. Chizhik, J. Yamasaki, A. Zhukov, J. Gonzalez, J.M. Blanco. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 272–276 (2004) 499.
- [**CIU1996**] P. Ciureanu, C.Akyel, M. Britel, J. Gauthier, M. Britel, A. Yelon, P. Rudkowski, G. Rudkowska and J. O. Ström-Olsen; *IEEE Trans. Magn.* 32 (1996) 4678.
- [**COB2001**] A.F. Cobeño, A. Zhukov, J.M. Blanco, V. Larin and J. González; *Sens. Actuators A* 91 (2001) 95.
- [**COS2004**] D. de Cos, A. Garcia-Arribas, J. M. Barandiarán; *Sens Actuators A* 115 (2004), 368.
- [**COS2006**] David de Cos; *Magnetoimpedancia en muestras palnas a altas frecuencias*, tesis doctoral española (2006).
- [**CULL1972**] B.D. Cullity; *Introduction to Magnetic Materials*, Addison-Wesley Publishing Company, Reading, MA (1972).
- [**DAV1983**] H. A Davies, *Amorphous Metals alloys*, Butterworks, London (1983) 8
- [**DAV2007**] H. A. Davies and R. J. Gibbs; *Amorphous alloys*, edited by S. Parkin and H. Kronmüller, *Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials Vol. 4: Soft Magnetis Materials* (John Wiley & Sons, 2007) pp. 2193.
- [**DUW1967**] P. Duwez; *Trans Am. Soc. Metals.* 60 (1967) pp. 607.
- [**ESC2007**] Juan Eduardo Escrig; *Interacción dipolar entre sistemas magnéticos micro y nanométricos*, tesis doctoral chilena (2007).
- [**ESC2009**] J. Escrig, S. Allende, D. Altbir, M- Bahiana, G. Badini, J. Torrejón and M. Vázquez; *J. Appl. Phys.* (accepted) (2009).
- [**FAR1834**] M. Faraday; *Trans. Roy. Soc., London*, 142, 77 (1834).
- [**FEL1965**] E. Feldtkeller and H. Thomas; *Phys. Kondens. Materie* 4 (1965) 8-14.
- [**FEY1964**] R. P. Feynman, R. B. Leighton y M. Sands: *The Feynman lectures on Physics*, Reading (MA), Adisson-Wesley (1964) vol II.
- [**GAB2005**] Giovanni Andrea Badini; *Vanishing magnetostriction amorphous alloys wires for sensor applications*, tesis doctoral inglesa (2005).
- [**GAB2008**] G. A. Badini-Confalonieri, G. Infante, J. Torrejón and M. Vázquez. *J. Magn. Magn. Mater.* 320 (2008) 2443.

- [GAR1999A] Hector García-Miquel; *Caracterización de las propiedades magnéticas de vidrios metálicos en forma de microhilos de composición $(Fe_xCo_{100-x})_{72.5}Si_{12.5}B_{15}$* , tesis doctoral española (1999).
- [GAR1999B] José Miguel García, *Nanohilos y Microtubos Magnéticos Fabricados por Electrodeposición y Caracterización Mediante Microscopía de Fuerzas Magnéticas*, Tesis Doctoral española (1999).
- [GAR2000] J. M. García-Beneytez, F. Vinai, L. Brunetti, H. García-Miquel and M. Vázquez. Sens Actuators A 81 (2000) 78.
- [GAR2001] H. García-Miquel, M. J. Esbrí, J. M. Andrés, J. M. Gracia, J. M. García-Beneytez and M. Vázquez; IEEE Trans. Magn. 37 (1) (2001) 561.
- [GAR2006] Karin García, *Dinámica de la inversión de la imanación mediante una pared de dominios en microhilos magnéticos*, tesis doctoral española (2006).
- [GAR2007] Carlos García, *Propiedades magnéticas y estructurales de hilos y microhilos magnéticos*, tesis doctoral española (2007).
- [GHO1990] D. K. Ghodgaonkar, V. V. Varadan and V. K. Varadan; IEEE Trans. Instrum. Meas. 39 (2) (1990) 387.
- [GOM1993] C. Gómez-Polo and M. Vázquez; J. Magn. Magn. Mater. 118 (1993) 86.
- [GOM2001] C. Gómez-Polo, M. Vázquez and M. Knobel; Appl. Phys. Letter 78 (2001) 111.
- [GOT1977] T. Goto; Bull. Japan Inst. Metals 15 (1977) 633
- [GRA1935] L. Graf and A. Kussman; Z. Phys. 36 (1935) 544.
- [GRU1986] P. Grünberg, R. Schreiber and Y. Pang, M. B. Brodsky and H. Sowers. Phys. Rev. Lett. 57 (1986) 2442.
- [GUP1996] K. C. Gupta, R. Garg, I. Bahl and P. Bhartia; *Microstrip lines and slotlines*, 2^a ed. Boston: Artech House (1996).
- [GUB1960] A. I. Gubanov; Soviet Physics-Solids State, 2 (1960) 468.
- [GUR1963] A.G. Gurevich; *Ferrites at Microwave Frequencies*, New York: Consultants Bureau (1963).
- [HAS2004] R. Hasegawa; Mater. Sci Eng. A 375-377 (2004) 90.
- [HEI1928] W. Heisenberg; Z. Phys. 49 (1928) 619.
- [HER1984] A. Hernando, V. Madurga, C. Núñez de Villavicencio and M. Vázquez; Appl. Phys. Lett 45 (1984) 802.
- [HER1986] A. Hernando, M. Vazquez, V. Madurga, E. Ascasibar and M. Liniers; J. Magn. Magn. Mater. 61 (1986) 39.
- [HER1987] A. Hernando; *Nuevos materiales: los vidrios metálicos*, Ed. Eudema Univ. (1987).
- [HER1993] A. Hernando, A. Zhukov, M. Vázquez, V. Larin, A. Torkunov and A. Antonenko ES Patent-9601993.
- [HRI1992] E. Hristoforou and D. Niarchos; J. Magn. Magn. Mat. 116 (1992) 177.
- [HRI1997] E. Hristoforou; Sens Actuators A 59 (1997) 183.

- [HUM1987] F. B. Humphrey, K. Mohri, J. Yamasaki, H. Kawamura, R. Malmhall and I. Ogasawara, Proc. Symp. Magn. Properties of Amorphous Metals, A. Hernando, V. Madurga, M.C. Sánchez and M. Vázquez Eds. North-Holland, Amsterdam (1987) pp.110
- [INF2008] G. Infante, J. Torrejón, K. J. Merazzo, G. Badini and M. Vázquez; Phys. Stat. Sol (accepted) (2008).
- [JAC1975] J. D. Jackson; *Classical Electrodynamics*, 2nd ed. (Wiley, New York,1975).
- [JON1974] L. J. Jongh and A.R. Miedema; *Experiments on Simple Magnetic Model Systems*, Taylor& Francis, London (1974) pp. 202.
- [KAN2006] E. Kaniusas, H. Pfützner, L. Mehnen, J. Kosel, J. C. Tellez-Blanco, G. Varoneckas, A. Alonderis, T. Meydan, M. Vázquez, M. Rhon, A. M. Merlo and B. Marquardt. IEEE Sens. J. 6 (2006) 819.
- [KAV1976] S. Kavesh; US Patent 3 960 200 (1976).
- [KAV1978] S. Kavesh; *Metallic glasses, the technology of rapid solidification processing*. In Rapid Solidification Processing: Principles and Technologies. R. Mehrabian, B. H. Kear and M. Cohen (Eds). Claitors's Publishing Division: Baton Rouge (1978) pp. 165.
- [KIT1948] C. Kittel; Phys. Rev. 73 (2) (1948) 155.
- [KIT1949] C. Kittel; Modern Rev. Phys. 21 (4) (1949) 541.
- [KIM1999] C.G. Kim, K.J. Jang, D.Y. Kim and S.S. Yoon, Appl. Phys. Lett. 75 (1999) 2114.
- [KNO2002] M. Knobel and K. R. Pirota. J. Magn. Magn. Mater. 242-245 (2002) 33.
- [KNO2003] M. Knobel, M. Vázquez and L. Kraus; *Giant Magnetoimpedance* in Handbook of Magnetic Materials, Ed. K.H.J. Buschow, Elsevier, Vol. 15 (2003) 497.
- [KOL1991] N. Kolesnikov, A. N.Lagarkov, L. N. Novogrudskiy, S. M. Matytsin, K. N. Razanov and A.K. Sarychev; *Optical and Electrical Properties of Polymers*, Material Research Society, Pittsburgh 214 (1991) pp. 119.
- [KRA1976] L. Kraus, J. Schneider and H. Wiesner; Czech. J. Phys. B 26 (1976) 601.
- [KRA1999] L. Kraus; J. Magn Magn. Mater. 195 (1999) 764.
- [KRA2003A] L. Kraus; Sens. Actuators A, 106 (2003) 187.
- [KRA2003B] L. Kraus, Z. Freit, K. Pirota and H. Chiriac; J. Magn. Magn. Mater 254-255 (2003) 399.
- [KRA2006] L. Kraus, O. Chayka. J. Electr. Eng. 57 (2006).
- [KRA2007] L. Kraus, K. Pirota, J. Torrejón and M Vázquez. J. Appl. Phys. 101 (2007) 063910.
- [KRO1979] H. Kronmüller, M. Fähnle, M. Domann, H. Grimn and B. Gröger. J. Magn Magn. Mater. 13 (1979) 53
- [KUR2005] G. Kurllyanskaya and V. Levit; Biosensors and Bioelectronics 20 (2005) 1611.
- [KUS1950] A. Kussman and G. V. Rittberg; Z. Metallkd. 42 (1950) 470.
- [LAC1984] H. K. Lachowicz and H. Szymczak; J. Magn. Magn. Mater. 41 (1984) 327.
- [LAG1996] A. N. Lagarkov and A. K. Sarychev; Phys. Rev. B 53 (1996) 6318.

- [LAN1981] L. D. Landau and E. M. Lifshitz; *Dynamics of Continuous Media*, 2 ed. Pergamon Press (1981)
- [LEN1996] S. Lenfrancois, D. Pasquet and G. Mazé-Merceur ; IEEE Trans. Microwave Th. and Tech. 44 (9) (1996)1557.
- [LIP1941] H. Lipson, D. Schoenburg, and G. V. Stupart; J. Inst. Met. 67 (1941) 333.
- [LUB1975] F. E. Luborsky, J. J. Becker and R. O. McCary. IEEE Trans. Magn 11 (1975) 1644
- [MAD1965] S. Mader and A. S. Nowick; Appl. Phys. Lett. 7 (1965) 57.
- [MAD1984] V. Madurga, M. Vázquez, A. Hernando and O.V. Nielsen. Sol Stat Comm. 52 (1984) 701.
- [MAK2003] D. P. Makhnovskiy and L. V. Panina; J. Appl. Phys. 93 (2003) 4120
- [MAK2005] D. P. Makhnovskiy and L. V. Panina; *Field and Stress-Tunable microwave composite material based on ferromagnetic wires*, Progress in Ferromagnetism Research, Ed. V. N. Murray. Nova Science Publishers (2005) pp. 257.
- [MAS1981] T. Masumoto, I. Ohnaka, A. Inoue and M. Hagiwara, Scripta Metall. 15 (1981) 293.
- [MED1996] A. N. Medina, M. Knobel, S. Salem-Sugui and F. G. Gandra; J. Appl. Phys. 79 (1996) 5462.
- [MEN1997] D. Menard, M. Britel, P. Ciureanu, A. Yelon, V. P. Paramonov, A. S. Antonov, P. Rudkowski and J. O. Ström-Olsen; J. Appl. Phys., 81 (1997) 4032
- [MEY1992] T. Meydan and M.S. Elshebani; J. Magn. Magn. Mat. 112 (1992) 344
- [MIT1990] A. Mitra and M. Vazquez; J. Phys. D 23 (1990) 228.
- [MOH1994A] K. Mohri; IEEE Trans. Magn. 20 (1994) 942.
- [MOH1994B] K. Mohri; Mater. Sci. Eng. A 185 (1994) 141.
- [MOH1997] K. Mohri, T. Uchiyama and L.V. Panina; Sens. and Actuators A 59 (1997)1.
- [MOH2002] K. Mohri, T. Uchiyama, L. P. Shen, C. M. Cai, L. V. Panina, Y. Honkura and M. Yamamoto, IEEE Trans. Magn. 38 (2002) 3063.
- [MOH2007] K Morhi and Y Honkura; Sens. Lett 5 (2007) 267.
- [NARA1979] M. C. Narasimha;. US patent 4 142 571.
- [NARI1980] K. Narita; IEEE Trans. Magn. 16 (1980) 435.
- [NAV2006] David Navas; *Fabricación y caracterización de arreglos de nanohilos magnéticos en películas nanoporosas de alúmina anódica*, tesis doctoral española 2006.
- [NEA2001] M. Neagu, H. Chiriac, E. Hristoforou, I. Darie and F. Vinai; J. Magn. Magn. Mat. 226-230 (2001) 1516.
- [NIE1980] O. V. Nielsen and H. J. V. Nielsen; J. Magn. Magn. Mat. 22 (1980) 21
- [NIX1967] J. Nixdorf; Drah-Welt 53 (1967) 696
- [NOG2005] J. Nogués, J. Sort, V. Langlais, V. Skumryev, S. Suriñach, J. S. Muñoz and M.D. Baró; Phys. Rep. 422 (2005) 65.
- [OHA1975] R.C. O’Handley, J. Appl. Phys. 46 (1975) 4996.

- [OHA2000] R. C. O'Handley; *Modern magnetic materials: Principles and applications*, John Wiley & Sons, chapter 3 (2000) pp. 73.
- [OHN1982] I. Ohnaka, T. Fukusako, T. Ohmichi, T. Masumoto, A. Inoue and M. Hagiwara; Proc. 4th Int. Conf. Rap. Quench. Metals, Sendai, Ed. T. Masumoto and K. Suzuki, (1982) pp.31;
- [OLO1992] A. O. Olofinjana and H. A. Davies; Script. Met. Mat. 27 (1992) 1679
- [PAN1994] L.V. Panina and K. Mohri, Appl. Phys. Lett. 65 (1994) 1189
- [PAN1995] L. Panina, K. Mohri, T. Uchiyama, M. Noda and K. Bushida; IEEE Trans Magn. 31 (1995) 1249.
- [PAN1999] L. Panina, K. Mohri and D. Makhnovskiy; J. Appl. Phys. 85 (1999) 5444.
- [PAU1998] M. Paunovic and M. Schlesinger; *Fundamentals of Electrochemical Deposition*, ed. John Wiley & Sons (1998).
- [PEN2000] J. B. Pendry; Phys. Rev. Lett. 85 (2000), 3966.
- [PFU2006] H. Pfützner, E. Kaniusas, J. Kosel, L. Mehnen T. Meydan, M. Vázquez, M. Rhon, A M. Merlo and B. Marquardt; Sens. Actuators 129 (2006) 154.
- [PIR2001] K. R. Pirota; *Magnetoimpedancia Gigante en Fios e Fitas Amorfos*, tesis doctoral brasieña (2001).
- [PIR2004] K.Pirota, M. Hernández-Vélez, D.Navas, A. Zhukov and M.Vázquez; Adv. Funct. Mater. 14 (2004) 266.
- [PIR2005] K. Pirota, M. Provencio, K. García, P. Mendoza, M. Hernandez-Velez and M. Vázquez; J. Magn. Magn. Mater. 290 (2005) 68.
- [PON1969] R. Pond and R. Maddin; Trans. Met. Soc. AIME. 245 (1969) pp 2475.
- [POZ1990] D. M. Pozar : Microwave engineering, 1^a ed. Reading (MA): Addison-Wesley (1990).
- [PUL1991] E. Pulido, R. P. del Real, F. Conde, G. Rivero, M. Vázquez and A. Hernando; IEEE Trans. Magn. 27 (1991) 5241.
- [QDUSA] www.qdusa.com
- [QUE1994] P. Queffelec, P.Gelin, J. Gieraltowski and J. Loäec; IEEE Trans. Magn. 30 (2) (1994) 224.
- [RAM1993] S. Ramo, J. R. Whinnery and T. Van Duzer; *Fields and waves in communications electronics*, 3^a ed. John Wiley & Sons, chapter 3 (1993) pp. 149.
- [RAY1887] Lord Rayleigh; *On the behaviour of iron and steel under the operation of feble magnetic forces*, Notes on electricity and magnetism, Philosophical magazine, 23 (1887) pp. 225.
- [RAU1989] G. Rauscher and C. Radeloff; in *Magnetic Sensors*, Ed. R. Boll and K.J. Overshott, VCH Weinheim(1989) pp. 315.
- [ROD1995] P. Rodkowski, J. O. Strom-Olsen, G. Rudkowska, A. Zaluska and P. Cireanu; IEEE Trans. Magn. 31 (1995) 1234.
- [ROS1986] P. L. Rossister and T. Keane; J. Mater. Sci., 21 (1986) 3248.
- [SAN2004] S. Sandacci, D. Makhnovsky, L. Panina, K. Mohri and Y. Honkura. IEEE Trans on Magn 40 (6) (2004) 3505-3511.

- [SCHE1996] M. R. Scheinfein, K. E. Schmidt, K. R. Heim and G. G. Hembree; Phys. Rev. Lett. 76, 1541 (1996)
- [SCHL2000] M. Schlesinger and M. Paunovic; *Modern Electroplating*, ed. John Wiley & Sons (2000).
- [SEO2004] Seon-Ho Song, Kyeong-Sup Kim, Seong-Cho Yu, Cheol Gi Kim and M. Vázquez; J. Magn. Magn. Mater 215-216 (2004) 532.
- [SHE2001] R.A. Shelby, D.R. Smith and S.Schultz; Science 292 (2001) 77.
- [SEV1992] A. M. Severino, C. Gómez-Polo, P. Marin y M. Vázquez; J. Magn. Magn. Mater. 103 (1992) 11
- [SIDI] <http://www.uam.es/investigacion/servicios/sidi/>
- [SIN1999] E. Sinnecker, D. Páramo, V. Larin, A. Zhukov, M. Vázquez, A. Hernando and J. González; J. Magn. Magn. Mat. 203 (1999) 54.
- [SMI1993] C. H. Smith; *Applications of the rapidly solidified soft magnetic alloys*, In Rapidly solidified alloys, Ed. H. H. Liebermann and Marcel Dekker (1993) pp 617.
- [SOM1995] R. L. Sommer and C. L. Chien; Appl Phys. Lett. 67 (1996) 857.
- [SON1995] Y. Sonoda ; IEEE Trans Magn. 31 (1995) 1283.
- [SPI1997A] D. Spisak and J. Hafner; Phys. Rev. B 55 (1997) 8304.
- [SPI1997B] D. Spisak and J. Hafner; J. Magn. Magn. Mater. 168 (1997) 257.
- [SQU1994] P. T. Squire, D. Atkinson, M. R. J. Gibbs and S. Atalay; J. Magn. Magn. Mat. 132 (1994) 10.
- [TAY1924] G.F. Taylor; Phys. Rev. 23 (1924) 655.
- [TORC2002] A. V. Torcunov, A. Zhukov, M. Vázquez and L. Panina; J. Magn. Magn. Mater. 249 39-45 (2002)
- [TORR2007A] J. Torrejón , G. Badini, K. Pirota and M. Vázquez; Acta Materialia 55 (2007) 4271.
- [TORR2007B] J. Torrejón, G. Badini, K. Pirota and M. Vázquez. Sens. Lett. 5 (2007) 153.
- [TORR2007C] J. Torrejón, L. Kraus, K. Pirota, G. Badini and M. Vázquez; J. Appl. Phys. 101 (2007) 09N105.
- [TORR2007D] J. Torrejón, G. Badini, K. Pirota and M. Vázquez; J. Magn. Magn. Mater. 316 (2007) 575.
- [TORR2008A] J. Torrejón, G. Badini-Confalonieri and M.Vázquez; J. Appl. Phys. 103 (2008) 07E712
- [TORR2008B] J. Torrejón, G. Infante, K. J. Merazzo and G. A. Badini-Confalonieri. IEEE Trans. Magn. 44 (in press) (2008)
- [TORR2008C] J. Torrejón, L. Kraus, G. Badini-Confalonieri and M. Vázquez. Acta Materialia 56 (2008) 292.
- [TORR2009A] J. Torrejón, M. Vázquez and L. V. Panina; J. Appl. Phys. (accepted) (2009).
- [TORR2009B] J. Torrejón, M. García-Hernandez and M. Vázquez; *Magnetoelastic interactions in biphas microwires induced by temperature*, (to be published) (2009).

- [TORR2009C] J. Torrejón, G. Badini and M. Vázquez; *FMR in biphasic microwires* (to be published) (2009).
- [TORR2009D] J. Torrejón, K. R. Pirota, G. A. Badini-Confalonieri and M. Vázquez; *Optimization of magnetoelastic temperature sensor based on multilayer microwires* (submitted) (2009).
- [TORR2009E] J. Torrejón, O. Acher, M. Vázquez and A. Thiaville; *Static model in CoFe glass-coated microwires* (to be published) (2009).
- [TORR2009F] J. Torrejón, O. Acher, M. Vázquez and A. Thiaville; *Dinamic model in CoFe glass-coated microwires* (to be published) (2009).
- [ULI1957] A.V. Ulitovsky; *Prekory Tech. Eksper.* 3 (1957) 115.
- [USO1998] N. Usov, A. Antonov, A. Dykhne and A. Lagrkov; *J. Physics: Cond. Matter* 10 (1998) 2453.
- [VAL1994] R. Valenzuela; *Magnetic ceramics*, 1^a ed, Cambridge (Reino Unido): Cambridge University Press, 1994, cap. 4, pp. 173.
- [VAR2003] R. Varga, K. L. García, A. Zhukov, P. Vojtanik and M. Vázquez; *Appl. Phys. Lett.* 83 (2003) 2620.
- [VAR2005] R. Varga, K. García, M. Vázquez and P. Vojtanik, *Phys. Rev. Lett.* 94 (2005) 017201.
- [VAZ1994A] M. Vázquez, C. Gómez-Polo, D.-X. Chen and A. Hernando; *IEEE Trans. Magn.* 30 (1994) 907.
- [VAZ1994B] M. Vázquez, P. Marín, H. A. Davies, A. O. Olofinjana; *Appl. Phys. Lett.* 64 (1994) 3184.
- [VAZ1995] M. Vázquez and D. X. Chen; *IEEE Trans Magn* 31 (1995) 1229.
- [VAZ1996] M. Vázquez and A. Hernando; *J. Phys. D: Appl. Phys.* 29 (1996) 939
- [VAZ2001A] M. Vázquez; *Physica B* 299 (2001) 302-313.
- [VAZ2001B] M. Vázquez; *J. Magn. Magn. Mat.* 226-230 (2001) 693.
- [VAZ2001C] M. Vázquez, F. Castaño, T. A. Ovari, V. Raposo and A. Hernando; *Sens. and Actuators A* 91 (2001) 112
- [VAZ2004] M. Vázquez, A. P. Zhukov, K. L. García, K. R. Pirota, A. Ruiz, J. L. Martinez, M. Knobel; *Mater. Sci. Eng. A* 375-377 (2004) 1145.
- [VAZ2006A] M. Vazquez, K. Pirota, G. Badini, J. Torrejón and H. Pfützner; *European Patent PCT/ES2005/070173* (2006).
- [VAZ2006B] M. Vázquez, K. Pirota, G. Badini, J. Torrejón, A. Torcunov; *J. Magn. Magn. Mater.* 304 (2006) 197.
- [VAZ2007A] M. Vázquez; *Advanced Magnetic Microwires*, edited by S. Parkin and H. Kronmüller, *Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials Vol. 4: Novel Materials* (John Wiley & Sons, 2007) p. 2193.
- [VAZ2007B] M. Vázquez, L. Kraus, K. Pirota, G. Badini and J. Torrejón. *J. Non-Cryst. Solids* 353 (2007) 763.
- [VES1967] V.G. Veselago; *Sov. Phys. Solid State* 8 (1967) 2854
- [VIE2001] A. D. C. Viegas, A. M. H. de Andrade, R. L. Sommer, J. S. Jiang and C. L. Chien; *J. Magn. Magn. Mater.* 226 (2001) 707

- [VIN2006] F. Vinai, M. Coisson and P. Tiberto; J. Magn. Magn. Mater. 300 (2006) 82.
- [WAN1997] K.Y. Wang, D.-X. Chen, J. Arcas, V. Larin, M. Vázquez and A. Hernando, J. Phys.: Condens. Matter 9 (1997) 573.
- [WEI1907] P. Weiss; J. de Phys. theorique et appliquee 6 (1907) 666.
- [WUL2001] W. Wulfhekel, H. Ding, W. Lutzke, G. Steirl, M. Vázquez, P. Marín and A. Hernando; Appl. Phys. A 72 (2001) 463.
- [YAJ1993] M. Yajako, J. Yamasaki and F.B. Humphrey IEEE Trans. Magn. 29 (1993) 3484.
- [YAM1992] J. Yamasaki; J. Magn. Soc. Jpn. 16 (1992) 14.
- [YAM2007] T. Yamamoto, A. Omori, A. Makino and A. Inoue; Mater. Trans. 48 (2007) 74.
- [YEL1996] A. Yelon, D. Menard, M. Britel and P. Ciureanu; Appl. Phys. Lett. 69 (1996) 3084.
- [ZHU1995] A. P. Zhukov, M. Vázquez, J. Velázquez, H. Chiriac and V. Larin; J. Magn. Magn. Mat. 151 (1995) 132.
- [ZHU1996] A. Zhukov, J. M. Garcia Beneytez and M. Vazquez; ES Patent 9600172 (1996).
- [ZHU1998] A. Zhukov, M. Vázquez and J. M. Beneytez, J. Physique IV 8 (1998) 763.
- [ZHU1999] A. Zhukov, E. Sinnecker, D. Páramo, F. Guerrero, V. Larin, J. González and M. Vázquez; J. Appl. Phys. 85 (1999) 4482.
- [ZHU2000] A. Zhukov, J. González, J. M. Blanco, M. L. Prieto, E. Pina and M. Vázquez; J. Appl. Phys. 87 (2000) 1402.
- [ZHU2001] A. Zhukov; Appl. Phys. Lett. 78 (2001) 3106.
- [ZHU2003] A. Zhukov, J. González, M. Vázquez, V. Larin and A. Torkunov; Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology, Ed. H.S. Nalwa Vol. X (2003) pp.1.
- [ZHU2005] A. Zhukov, V. Zhukova, J. M. Blanco and J. Gonzalez; J. Magn. Magn. Mater. 294 (2005) 182.

Publicaciones

1. M. Vazquez, H. Pfützner, K. Pirota, G. Badini, **J. Torrejón**; *Multifunctional sensor based on multilayer magnetic microwires with magnetoelastic coupling*, European Patent PCT/ES2005/070173 (2006).
2. M. Vazquez, K. Pirota, **J. Torrejón**, G. Badini and A. Torcunov. *Magnetoelastic interactions in multilayer microwires*, Journal of Magnetism of Magnetic Materials 304 (2006) 197.
3. M. Vázquez, G. Badini, K. Pirota, **J. Torrejón**, A. Zhukov, A. Torcunov, H. Pfützner, M. Rohn, A. Merlo, B. Marquardt, T. Meydan; *Applications of amorphous microwires in sensing technologies*; International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics 25 (2007) 441.
4. **J. Torrejón**, G. Badini, K. Pirota and M. Vázquez; *Multifunctional Sensor device based in Multilayer Magnetic Microwires*, Sens. Lett. 5 (2007) 153.
5. **J. Torrejón**, G. Badini, K. Pirota and M. Vázquez; *Modified Small Angle Magnetization Rotation in Multilayer Magnetic Microwires*, Journal of Magnetism of Magnetic Materials 316 (2007) 575.
6. L. Kraus, K. Pirota, **J. Torrejón** and M. Vázquez; *Magnetic bias in composite hard/soft/hard microlayer*, Journal of Applied Physics 101 (2007) 063910.
7. M. Vázquez, L. Kraus, K. Pirota, G. Badini and **J. Torrejón**. *Magnetostatic bias in microstructures with magnetic biphasic: multilayer microwires and ribbons*. Journal on non Crystalline solids 353 (2007) 763.
8. **J. Torrejón**, L. Kraus, K. Pirota, G. Badini and M. Vázquez; *Magnetostatic coupling in soft/hard biphasic magnetic systems based on amorphous alloys*, Journal of Applied Physics 101 (2007) 09N105.
9. **J. Torrejón**, G. Badini, K. Pirota and M. Vázquez; *Design of multilayer microwires with controllable magnetic properties: Magnetostatic and magnetoelastic coupling*, Acta Materialia 55 (2007) 4271-4276.
10. **J. Torrejón**, L. Kraus, G. Badini-Confalonieri and M. Vázquez; *Multilayer systems magnetostatically coupled: magnetization profile and local volume domain structure*. Acta Materialia 56 (2007) 292.
11. **J. Torrejón**, G. Badini-Confalonieri and M. Vázquez; *Fabrication and magnetic properties of hard/soft magnetostatically coupled FePt/FeNi multilayer microwires*. Journal of Applied Physics (in press) (2008).
12. G. Badini-Confalonieri, G. Infante, **J. Torrejón** and M. Vázquez; *Biased magnetisation reversal in bi-phase multilayer microwires*, Journal of Magnetism of Magnetic Materials 320 (2008) 2443.
13. G. A. Badini-Confalonieri, **J. Torrejón**, K. R. Pirota and M. Vázquez; *Amorphous and multilayer microwire*, in Magnetic Materials: Current Topics in Amorphous Wires, Hard Magnetic Alloys, Ceramics, Characterization and Modelling; Research Sign Post, Kerala, India; chapter 3 (2007) 17.
14. **J. Torrejón**, G. Infante, K. J. Merazzo and G. A. Badini-Confalonieri; *Circular magnetoelastic anisotropy in FeSiB-CoNi in biphasic microwire*, IEEE Transactions on Magnetics 44 (11) (2008) (in press).
15. G. Infante, **J. Torrejón**, K. J. Merazzo, G. Badini and M. Vázquez; *Frequency dependence of switching field in the soft nucleus of FeSiB-CoNi microwires*, Physics Status Solidi (2008) (accepted).
16. J. Escrig, S. Allende, D. Altbir, M. Bahiana, G. Badini, **J. Torrejón** and M. Vázquez; *Magnetostatic bias in multilayer microwires: Theory and experiments*, Journal of Applied Physics (2009) (accepted).

17. **J. Torrejón**, M. Vázquez and L. V. Panina; *Magnetostatic self bias and asymmetric magnetoimpedance in layered CoFe/CoNi microwires*, Journal of Applied Physics (2009) (accepted).
18. **J. Torrejón**, K. R. Pirota, G. A. Badini-Confalonieri and M. Vázquez; *Optimization of magnetoelastic temperature sensor based on multilayer microwires* (2009) (submitted).
19. **J. Torrejón**, G. Badini and M. Vazquez; *FMR in biphase microwires* (2009) (to be published).
20. **J. Torrejón**, M. García-Hernandez and M. Vázquez; *Magnetoelastic interactions in biphase microwires induced by temperature* (2009) (to be published).
21. **J. Torrejón**, O Acher, M. Vázquez and A. Thiaville; *Static model in CoFe glass-coated microwires* (2009) (to be published).
22. **J. Torrejón**, O Acher, M. Vázquez and A. Thiaville; *Dynamic model in CoFe glass-coated microwires* (2009) (to be published).

Otras publicaciones

23. M. Vazquez, K.R. Pirota, **J. Torrejón**, D. Navas, M. Hernández-Vélez; *Magnetic behaviour of hexagonal arrays of densely packed Ni nanowires: Influence of geometric characteristics*, Journal of magnetism and Magnetic Materials 294 (2005) 174.
24. E. Komova, M.Varga, R. Varga, P. Vojtanik, **J. Torrejón**, M. Provencio and M. Vázquez; *Frequency dependence of the single domain wall switching field in glass-coated microwires*, Journal of Physics: Condensed Matter 19 (2007) 236229.
25. E. Komova, M.Varga, R. Varga, P. Vojtanik, **J. Torrejón**, M. Provencio and M. Vázquez; *Stress dependence of switching field in glass coated microwires*, Acta Physica Polonica A 113 (2008) 135.
26. R. Varga, **J. Torrejón**, Y. Kostyk, K. L. García, G. Infantes, G. Badini and M. Vázquez; *Single-wall dynamics and power law bistable magnetic microwires*, Journal of Physics: Condensed Matter 20 (2008) 455215.
27. **J. Torrejón**, A. L. Adenot-Engelvin, F. Bertin, V. Dubuget, O. Acher and M. Vázquez; *Sum rules and figures of merit on the microwave permeability of nanocrystalline microwires* (2009) (submitted).
28. L. Kraus, M. Vázquez, G. Infante, G. Badini-Confalonieri and **J. Torrejón**; *Nonlinear magnetoimpedance and parametric excitation of standing spin waves in glass-covered microwires* (2009) (submitted).